

THESES

présentées

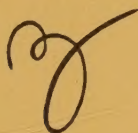
à la Faculté des Sciences de l'Université de Nantes

pour obtenir

le GRADE de DOCTEUR ès-SCIENCES PHYSIQUES

par

Charles BOUCHY



1^{ère} THESE : Contribution à l'étude des cinétiques des transformations
de phases au cours de l'austenitisation

2^{ème} THESE : *Propositions données par la Faculté*

Soutenues le 13 juin 1967 devant la Commission d'Examen

M. DUNOYER

Président

M. PIRONNEAU

M. LEYMONIE

M. GOBIN

Mlle OFFRET

} Examineurs

THESES

présentées

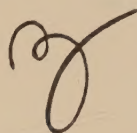
à la Faculté des Sciences de l'Université de Nantes

pour obtenir

le GRADE de DOCTEUR ès-SCIENCES PHYSIQUES

par

Charles BOUCHY



1^{ère} THESE : Contribution à l'étude des cinétiques des transformations
de phases au cours de l'austenitisation

2^{ème} THESE : *Propositions données par la Faculté*

Soutenues le 13 juin 1967 devant la Commission d'Examen

M. DUNOYER

Président

M. PIRONNEAU

M. LEYMONIE

M. GOBIN

Mlle OFFRET

} Examineurs

FACULTE DES SCIENCES

	Doyen	M. BRILLOUET	
	Assesseur	M. GARRIGUES	
Professeurs		MM. BRILLOUET	Sciences Mathématiques
		MOLINARO	
		PAUC	
		PETRESCU	
		PIRONNEAU	
		RAFFIN	
		RAVILLY	
		VIVIER	
		AVIGNON	Sciences physiques
		BOULLOUD	
		COLLET	
		MEZENECV	
		MINN	
		MOUTON	
		DUNOYER	Sciences chimiques
Maîtres de Conférences		GOBIN	
		GRAFF	
		QUINIOU	
		WOJTKOWIAK	
		M ^{lle} DEBRAUX	Sciences biologiques
		MM. DUPONT	
		GARRIGUES	
		PIERI	
		SELLIER	
		OTTMANN	Sciences de la Terre
		MM. JOLIVET A.	Sciences Mathématiques
		LAMEAU	
		IBISCH, M.C. associé	
		BARDON	Sciences physiques
		GOUREAUX	
		GRANGE	
		GUEVEL	
		LASKAR	
		M ^{lle} OFFRET	
		MM. SULMONT	
		JOLIVET J.	Sciences chimiques
		MARTIN	
		POINTEAU	
		ROUXEL	
		TOURNOUX	
		AMOURIQ	Sciences biologiques
		M ^{lle} ASTIE	
		M ^{me} LE DOUARIN	
		MM. LE DOUARIN	
		CAVET	Sciences de la Terre
		FORESTIER	
	Secrétaire	M. PAÏLLET	

A mon Maître,
F.GOBIN

A ma Mère

A ma Femme

Et pour donner partout une chaleur égale,
Trop tost vers terre et ciel ne monte ny dévalle.
Car en montant trop haut le ciel tu brusleras,
Et devallant trop bas la terre destruiras.
Mais si par milieu la carrière demeure,
La course est plus unie et la voye plus seure.

de NUYSEMENT

Traitez de l'Harmonie et Constitution generale du Vray Sel

p.254

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Métallurgie et Traitements Thermiques de l'ECOLE NATIONALE SUPERIEURE DE MECANIQUE de NANTES, sous la haute direction de Monsieur le Professeur F. GOBIN, Directeur du Laboratoire, à qui je tiens à exprimer ici ma plus profonde gratitude.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur DUNOYER qui a bien voulu accepter la Présidence de mon Jury, ainsi que Messieurs les Professeurs Membres de la Commission d'Examen.

Je remercie également Monsieur C. LEYMONIE, Chef de la Section « Recherches Métallurgiques » aux Chantiers de l'Atlantique de Saint-Nazaire, pour l'intérêt constant qu'il a manifesté pour mes recherches, et Monsieur P. MAYNIER, Chef du Laboratoire de Métallurgie aux Usines du Creusot pour les renseignements qu'il a bien voulu me communiquer sur l'austenitisation.

Et je ne voudrais pas oublier dans ces remerciements tous les élèves, chercheurs, techniciens, qui m'ont aidé de loin ou de près à la réalisation de cette étude.

S O M M A I R E

-:-:-

INTRODUCTION -

CHAPITRE I - ANALYSE DE QUELQUES TRAVAUX RECENTS CONCERNANT L'AUSTENITISATION

- 1,1 - L'école carboniste
- 1,2 - L'école allotropiste
- 1,3 - Austenitisation et diffusion
- 1,4 - Bilan

CHAPITRE II - METHODES D'INVESTIGATION ET RESULTATS OBTENUS

- 2,1 - Essais dilatométriques
- 2,2 - Essais thermomagnétométriques
- 2,3 - Essais de dureté
- 2,4 - Analyse micrographique
- 2,5 - Utilisation de la microscopie à haute température

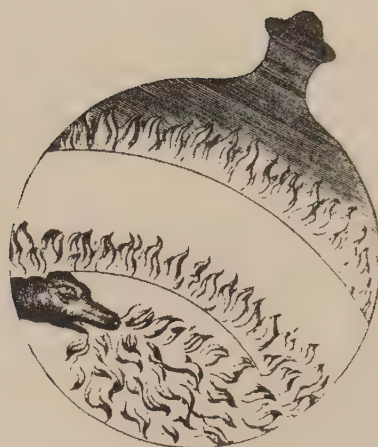
CHAPITRE III - ANALYSE THEORIQUE DU PHENOMENE D'AUSTENITISATION

- 3,1 - Rappel de quelques notions de métallurgie physique
- 3,2 - Première étape de l'austenitisation : la phase durcie
- 3,3 - Deuxième étape de l'austenitisation
- 3,4 - Troisième étape de l'austenitisation
- 3,5 - Proposition d'un modèle résumant les phénomènes d'austenitisation

CHAPITRE IV - APPLICATIONS ET CONCLUSION

- 4,1 - Note sur l'affinement du grain
- 4,2 - Note sur le grossissement exagéré du grain
- 4,3 - Note sur l'amélioration de la trempabilité
- 4,4 - Conclusion générale

BIBLIOGRAPHIE -



CONTRIBUTION A L'ETUDE DES CINETIQUES
DES TRANSFORMATIONS DE PHASES
AU COURS DE L'AUSTENITISATION



INTRODUCTION

-:-:-

"La question des traitements thermiques est un des meilleurs exemples à citer pour montrer les répercussions d'études théoriques sur la pratique industrielle".

Ainsi s'exprimait GUILLET en 1921 lors d'une discussion sur un mémoire fondamental de A. PORTEVIN et P. CHEVENARD [1]. Il n'est pas douteux que les progrès réalisés en cinquante ans dans la pratique des traitements thermiques proviennent pour une bonne part de la prise de conscience des relations existant entre la structure des métaux et leurs propriétés.

Si nous mettons à part les modifications liées à l'anisothermie (causes de déformations géométriques et de tensions internes entre autres), les variations des propriétés des métaux peuvent être rattachées aux catégories de phénomènes suivants :

a) Modifications de l'état physicochimique (nature, concentration et répartition des constituants) où l'on peut distinguer les transformations proprement dites comme la décomposition de la cémentite et la transformation allotropique $Fe \rightleftharpoons Fe\gamma$ et les transformations "anormales" telles que les points de CURIE.

b) Modifications structurales (formes, dimensions, répartition des éléments de structure) par écrouissage, grossissement des grains ou coalescence d'un précipité, régénération de la structure des aciers.

Ces phénomènes sont souvent difficiles à séparer. Par exemple, la trempe d'un acier peut très bien conduire à une structure contenant :

- de la perlite (agrégat ferrite-carbures) formée par germination et croissance,
- de la martensite formée par un mécanisme sans diffusion,
- de l'austenite résiduelle,
- des carbures non dissous.

On comprend que, dans ces conditions, les progrès dans la compréhension des traitements thermiques aient été fortement retardés par la complexité et l'enchevêtrement des phénomènes mis en jeu et que, même à présent, de nombreux points d'importance pratique n'aient pas encore pu être rattachés à une description physique certaine.

L'effet des traitements thermiques dépend d'un certain nombre de facteurs qui, dans l'ordre chronologique, sont : la composition chimique, l'état initial, la loi ou programme d'échauffement, la température atteinte θ c, le temps de maintien à cette température, la loi ou programme de refroidissement, le vieillissement des structures obtenues.

A côté de ces facteurs opérationnels, il faut aussi tenir compte de la géométrie des alliages traités et des atmosphères ou milieux dans lesquels s'effectuent les traitements thermiques.

a) La composition chimique

Tout acier est, en principe, un alliage de fer et de carbone, mais il contient du manganèse et souvent du silicium comme éléments d'élaboration nécessaires. On y trouve aussi toujours des impuretés telles que le phosphore, le soufre et autres.

Un acier allié, au contraire, est un alliage de fer et de carbone avec ses éléments d'élaboration, ses impuretés indésirables et ses oligo-éléments auxquels ont été ajoutés intentionnellement un ou plusieurs éléments en quantité suffisante pour produire un effet voulu et perceptible.

La classification la plus systématique des éléments alliés au fer est sans aucun doute celle qui se fonde sur leur influence touchant les points de transformation de ce métal. Parmi ces éléments, certains étendent le domaine austénitique tandis que d'autres, au contraire, le rétrécissent. Les premiers sont des éléments gammagènes, les autres, des éléments alphagènes.

Pour les aciers, on tiendra compte du rôle carburigène ou non carburigène des éléments d'addition, qui joue principalement sur la stabilité de la cémentite.

b) L'état initial -

La texture initiale des carbures a une grande influence sur leur décomposition et leur mise en solution lors de l'échauffement. Cette action a été mise en évidence par certains chercheurs comme BAEYERTZ, A.E. NEHRENBURG, SHIGEO OWAKU Genjiro MIMA [3,4,5 et 6]. Nous l'avons personnellement vérifiée sur un acier X Ç 80 [7].

Quoiqu'il en soit, pour A. PORTEVIN [1] et [8], l'état initial peut être ramené à un type uniforme par des traitements thermiques préliminaires. Les perturbations qu'il introduit peuvent être annihilées dans beaucoup de cas par "un choix approprié de la loi et de la durée de chauffage".

c) Loi ou programme d'échauffement -

On recommande généralement de conduire le chauffage avant trempe très lentement pour éviter les tapures dues aux dilatations différentielles entre le cœur et la surface de la pièce traitée. Ces précautions doivent être renforcées autant que possible lorsqu'on traverse les zones de températures dans lesquelles s'effectuent des transformations internes avec changement de volume.

La loi d'échauffement peut également conduire à des modifications structurales imprévisibles d'après la simple considération des diagrammes d'équilibre (difficulté de régénération des structures après forgeage ou soudage).

d) La température de chauffage -

Cette température est très généralement conditionnée par le résultat que l'on cherche à obtenir. En ce qui concerne l'austénitisation, dans le cas du recuit de normalisation ou de la trempe, cette température s'étend environ de 50°C à 100°C au-dessus de A_{c3} .

e) Le temps de maintien -

Ce temps dépend essentiellement des dimensions et de la forme des pièces à traiter. Il existe, d'autre part, une très grande interdépendance entre les facteurs temps et température.

Conformément à la loi d'ARRHENIUS, les constantes de vitesse varient avec la température :

$$\ln k = a - \frac{Q}{R T} \quad \text{avec } v = kc$$

a est la constante d'action de masse, Q l'énergie d'activation et c la proportion relative de la phase qui apparaît.

La loi de distribution statique de MAXWELL-BOLZMANN conduit au même résultat. La fraction des atomes ou molécules possédant une énergie supérieure à a est proportionnelle à $\exp\left[-\frac{a}{R T}\right]$ si l'on suppose que la vitesse de réaction est proportionnelle au nombre d'atomes-grammes ou molécules-grammes possédant une énergie supérieure à Q.

$$v = A \exp\left[-\frac{Q}{R T}\right] \quad \text{et } \ln v = \ln A - \frac{Q}{R T}$$

Vitesse de réaction et temps de chauffage peuvent être reliés par une équation aux dimensions classiques

$$v \times t = \text{cte} = k_1$$

d'où

$$Q = R T (\ln A k_1 + \ln t) \quad (1)$$

Si l'on suppose que, pour un même état d'un phénomène, obtenu pour des temps et des températures variables, Q reste constant, l'interdépendance du temps et de la température est liée à un certain paramètre P tel que

$$P = T (c + \ln t) \quad (2)$$

LARSON et SALMAS [9] et O.O. MILLER [10] ont appliqué ce paramètre au grossissement du grain austénitique à partir d'une structure ferritique donnée. Il est également valable pour les phénomènes de revenu et pour les phénomènes de fluage c'est-à-dire chaque fois qu'une transformation physico-chimique implique un processus de diffusion.

f) La loi ou programme de refroidissement

Ce dernier facteur a été l'objet d'études très nombreuses qui ont permis de construire une théorie satisfaisante sur son influence.

La méthode expérimentale a été conçue par BAIN et ses collaborateurs en 1930 [11], méthode concrétisée par les courbes TTT qui comprennent les courbes isothermes et les courbes anisothermes en refroidissement continu.

Les courbes isothermes mettent en évidence les différents domaines de transformation de l'austenite au refroidissement et peuvent être résumées par le schéma de la figure 1.

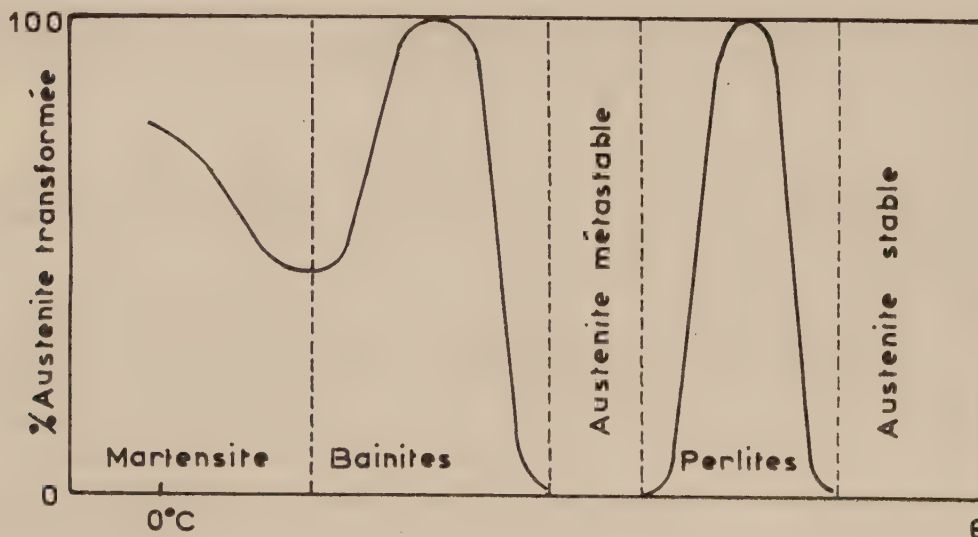
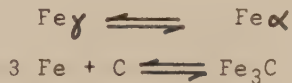


Fig. 1 - Les différents domaines de transformation de l'austenite.

La cinétique de la décomposition de l'austenite dans les domaines Ar' et Ar'' présente beaucoup d'analogie. Ceci provient du fait que les produits de décomposition se développent, d'après PORTEVIN et JOLIVET [12], par un même processus de germination et croissance. Les deux domaines se distinguent par la nature du cons-

tituant dont le premier déposé est à l'origine de la transformation : c'est le constituant directeur.

Pour le domaine Ar', le constituant directeur est la cémentite ; pour le domaine Ar'', c'est une ferrite sursaturée en carbone. En résumé, tout dépendra de l'ordre des deux réactions fondamentales au refroidissement :



Le constituant directeur impose sa structure à l'agrégat formé. Et l'on rencontrera successivement dans le domaine Ar', la perlite lamellaire, la troostite et la granulite. La même succession se retrouvera dans le domaine Ar'' où l'on observera les bainites supérieures, moyennes et inférieures.

Pour C. BARRET [13], la martensite existerait sous deux formes : la martensite dite α , telle qu'elle résulte directement de la transformation de l'austénite par trempe directe (réseau quadratique centré) et la martensite β , résultant d'un revenu de 24 h à 100°C de la martensite et reprenant un réseau cubique centré normal. L'état du carbone dans cette forme de martensite est encore très controversé

Il est possible d'obtenir cette martensite β par une opération de trempe par étapes.

Suivant MATAS [14], le premier carbure qui apparaît lors de la formation de la bainite inférieure, serait un carbure ξ remplacé ultérieurement par la cémentite. Ainsi la bainite inférieure suivrait une séquence de décomposition presque similaire à celle de la martensite. Mais, lorsque le carbure ξ est présent, la teneur en carbone de la ferrite est habituellement moindre que celle de la martensite

Il en résulte que les bainites inférieures sont souvent difficiles à distinguer micrographiquement de la martensite.

Quoiqu'il en soit, la précipitation des carbures est considérée par la plupart des auteurs comme un processus secondaire qui n'influence pas la vitesse de formation des plaquettes de ferrite, cette ferrite restant essentiellement le constituant directeur du domaine bainitique.

Sans poursuivre plus avant cette rétrospective, on ne peut mettre en doute que ce nombre de facteurs et leur interaction sur l'extrême diversité des phénomènes qui régissent les transformations de phases des aciers, illustrent parfaitement la complexité des traitements thermiques.

Pour A. PORTEVIN [2], le problème peut se simplifier en maintenant constantes la loi d'échauffement et la durée de chauffage. On voit, dans ces conditions, qu'un cycle élémentaire est entièrement défini par deux variables : la température de chauffage θ_c et la vitesse de refroidissement V ; l'état initial de l'acier, ce dernier état étant la résultante de toute son histoire thermique antérieure, la loi et la durée de chauffage constituent des "variables secondaires".

Nos recherches ont donc porté principalement sur l'étude de ces "variables secondaires" dans le but d'analyser et approfondir le mécanisme des transformations de phases au cours de l'austenitisation.

L'exposé de ce rapport comprendra quatre parties :

- 1 - L'analyse des quelques rares travaux récents concernant les phénomènes d'austenitisation.
- 2 - L'exposé de nos méthodes d'investigations et des résultats obtenus.
- 3 - La présentation d'un modèle de l'austenitisation et de sa cinétique fonction des variables secondaires (analyse théorique et critique).
- 4 - Conséquences sur l'amélioration de la trempabilité et le contrôle de l'affinement ou du grossissement du grain des aciers non alliés ou faiblement alliés.

CHAPITRE I

-:-:-

ANALYSE DE QUELQUES TRAVAUX RECENTS CONCERNANT L'AUSTENITISATION

-:-:-

Les deux transformations physicochimiques proprement dites qui conditionnent l'austenitisation sont la décomposition de la cémentite et la transformation allotropique. On peut, à partir de l'étude d'un de ces phénomènes bâtir une théorie "carboniste" ou "allotropiste". Il est intéressant de noter que, si les chercheurs américains se sont préoccupés plus généralement de la décomposition de la cémentite et de la mise en solution du carbone, les chercheurs russes ont plutôt porté leur attention sur la transformation allotropique proprement dite.

1,1 - L'ECOLE CARBONISTE -

La théorie la plus communément admise est que la germination de l'austenite s'effectue aux interfaces ferrite-cémentite. Pour de SY [15], lorsqu'on porte brutalement un acier dans le domaine austenitique, il y a d'abord formation d'une austenite hétérogène, puis diffusion et obtention d'une austenite homogène, conformément au diagramme d'équilibre thermodynamique Fe-Fe₃C.

A. HULTGREN [16] avait déjà émis la même idée, en soulignant toutefois le problème de la métastabilité des phases ferritiques ou austenitiques à l'échauffement comme au refroidissement. (Courbes en pointillé de la Fig. 1,1).

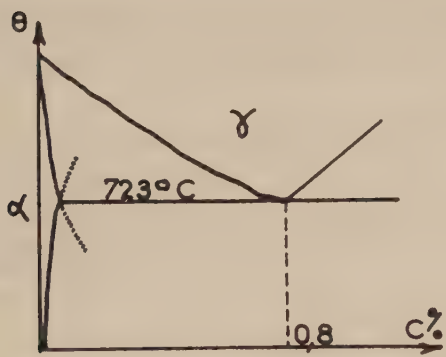


Fig 1,1 diagramme Fe-Fe₃C

Il va de soi que la texture initiale de la cémentite aura une très grande influence sur la germination et la croissance de l'austenite.

M. BAEYERTZ [3] et A. NEHRENBURG [4] ont essayé d'élucider ce problème par une méthode d'investigation métallographique. Pour BAEYERTZ, une texture lamellaire conduit à une germination aciculaire de l'austenite, alors qu'une texture initiale globulaire conduit à une germination équiaxe.

NEHRENBURG, en reprenant ces travaux quelques années plus tard, n'arrive pas exactement aux mêmes conclusions. En trempant à l'eau différentes nuances d'aciers (0,5 % à 1,1 % en masse de carbone), à partir du domaine intermédiaire α+γ, et en effectuant un revenu ultérieur à 200°C ou 400°C pour

observer la structure obtenue, il a pu noter que la germination de l'austenite est équiaxe lorsque la texture initiale est le résultat d'une transformation à haute température suivie d'un refroidissement lent ; cette germination est aciculaire pour des structures initiales bainitique ou martensitiques. Cependant, les grains austenitiques initialement allongés deviennent finalement équiaxes, lorsqu'on poursuit le chauffage au-dessus du domaine α+γ. NEHRENBURG n'explique pas ce phénomène.

En utilisant les mêmes techniques métallographiques pour déceler la présence de carbures résiduels ou l'hétérogénéité de l'austenite, ROBERT et MEHL [17] ont construit un diagramme temps, température, austenitisation d'un acier eutectoïde recuit de normalisation (Fig. 1,2).

Les paramètres de la maille austenitique dépendent de la teneur en carbone de l'austenite. MOLINDER [18] a étudié par une méthode d'investigation radiocristallographique, l'austenitisation d'un acier globularisé à 1,27 % de carbone (Fig. 1,3)

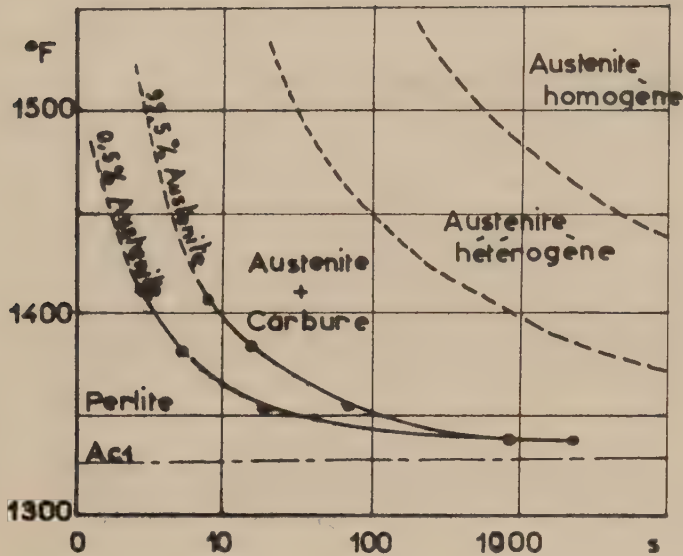


Fig. 1,2 - Austénitisation d'un acier eutectoïde
ROBERT et MEHL

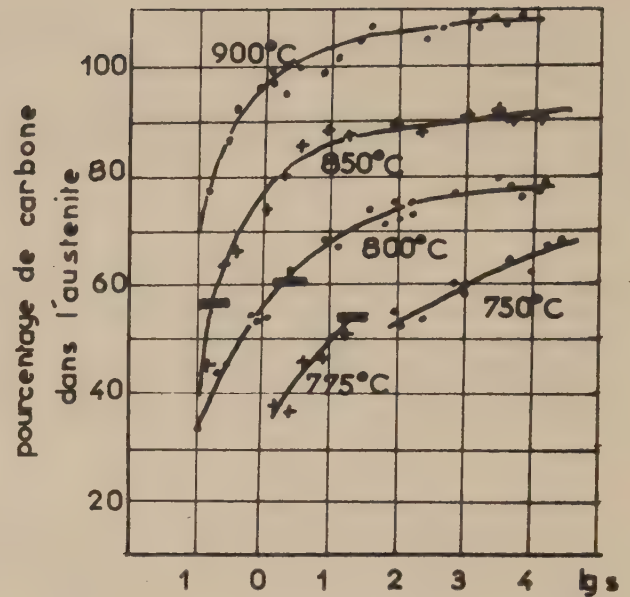


Fig. 1,3 - Austénitisation
d'un acier à 1,27 % C
MOLINDER
disparition de la ferrite

De plus, MOLINDER considère trois étapes dans la formation de l'austenite

- Incubation ou germination lente jusqu'à 750°C sans que l'austenite puisse être détectée.
- Transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ avec mise en solution simultanée des carbures (1 h à 750°C ; 1 s à 850°C).
- Disparition des carbures résiduels et homogénéisation de l'austenite.

Il suggère que le facteur prépondérant de l'austénitisation est la vitesse de décomposition de la cémentite à l'interface ferrite-cémentite.

MEHL et HAGEL [19] estiment que le facteur prépondérant est la vitesse de diffusion du carbone dans l'austenite.

Décomposition de la cémentite et mise en solution du carbone sont très certainement deux phénomènes concomittants, mais distincts. OSDOIT [20] a montré que la stabilité de la cémentite pure dépend d'une manière très importante du facteur vitesse d'échauffement. Pour une vitesse de 5°C/mn, la décomposition de la cémentite ne commence qu'entre 760°C et 780°C. Mais, par recuit de 12 h à température constante, la décomposition de la cémentite pure peut être complète à 640°C.

Le silicium, le nickel, le cobalt favorisent la décomposition de la cémentite. Le molybdène, le manganèse, le chrome, à des degrés divers, au contraire, la retardent.

La cémentite se décompose, certes, mais le milieu qui l'entourne n'est pas forcément favorable à une mise en solution du carbone qui peut s'effectuer soit par diffusion dans la ferrite soit par diffusion dans l'austenite, ou encore le long d'une interface non cohérente.

1,2 - L'ECOLE ALLOTROPISTE -

L'austenitisation est un phénomène de germination et croissance qui sera conditionné par l'interaction de la vitesse de germination et la vitesse de croissance des nouvelles cellules austenitiques formées.

Pour CHRISTIAN [21], il y a deux effets indépendants conduisant à une diminution de la vitesse de germination lorsque la température de chauffage augmente : un de ceux-ci est l'augmentation de la taille des germes austenitiques et l'autre la mobilité des atomes de carbone.

Dans leur étude sur la transformation allotropique de fer ARMCO soumis à des contraintes élevées, F.W. CLINARD et O.D. SHERBY [22] ont mis en évidence la génération d'un excès de lacunes à l'échauffement et la génération d'un excès d'interstitiels au refroidissement lors du passage $\alpha \rightleftharpoons \gamma$

Mais c'est depuis 1959 seulement que quelques chercheurs russes ont entrepris l'étude systématique de l'austenitisation surtout en fonction du facteur vitesse échauffement. Leurs résultats peu connus sont assez importants pour nous permettre de développer ici quelques-uns de leurs travaux.

1,21 - Mécanisme de la formation de l'austenite au cours du chauffage d'un acier, par SOKOLOV [23]

Cette étude a été probablement entreprise dans le but pratique de la régénération des aciers surchauffés. Sur un certain nombre d'aciers non alliés ou faiblement alliés hypereutectiques, puis revenus, l'étude de l'austenitisation a été conduite de la manière suivante :

Les échantillons sont chauffés à des vitesses variant de 0,2°C/mn à 1 000°C/mn dans un four et l'on retire à partir de 700°C, un échantillon tous les 10°C, échantillon que l'on trempe à l'eau.

L'affinement du grain augmente avec la vitesse d'échauffement. Il augmente aussi avec le pourcentage en carbone. Mais les éléments d'addition diminueraient les possibilités d'affinement du grain.

Le mécanisme de la transformation austenitique pour des vitesses d'échauffement intermédiaires serait donc double :

- 1 - formation d'une austenite à caractère aciculaire avec une liaison d'orientation α/γ .
- 2 - formation de grains isolés d'austenite qui grossissent rapidement aux dépens de la matrice précédente.
(la dureté de ces grains est supérieure au mélange ferrite-austenite).

Exemple d'analyse d'un 40 C 4 (symbolisation AFNOR)

Etat initial : austenitisé à 1 300°C pendant 2 h, puis trempé à l'huile, revenu à 650°C pendant 2 h.

$$v = 2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$$
$$v = 6^{\circ}\text{C}/\text{mm}$$

Coalescence des carbures

760°C	:		:	760°C	:	
770°C	:		:		:	
	:		:	775°C	:	Coalescence des carbures
785°C	:	Apparition de nombreux grains:	:		:	
	:	austenitiques allongés autour:	:	790°C	:	
	:	des carbures. La texture aci-	:		:	
	:	culaire orientée suivant les :	:		:	germination aciculaire de l'aus-
	:	plages martensitiques initia-	:		:	tenite comme en chauffage lent
	:	les montre l'existence d'une :	:		:	
	:	liaison α/δ	:	835°C	:	
	:		:		:	
	:	Les plages de ferrite	:		:	Apparition de plages austenitiques
	:	diminuent	:		:	équiaux aux dépens de la matrice
	:		:		:	précédente ferrite-austenite aci-
<u>Ac₃</u>	:	<u>855°C</u>	:		:	culaire.
	:		:	870°C	:	
	:		:		:	
	:		:		:	Accélération du phénomène, mais
900°C	:	Disparition de la ferrite	:	900°C	:	la vitesse de croissance des pla-
	:		:		:	ges équiaux diminuent.
	:		:		:	
	:		:		:	
	:	Le grain austenitique ini-	:		:	
	:	tial n'a pas varié. Pour ob-	:		:	Le grain austenitique s'est affiné
	:	tenir ce résultat, il suffit	:		:	
	:	de chauffer lentement entre	:		:	
	:	760° et 785°C.	:		:	
	:		:		:	
	:		:		:	

L'austenite formée au-dessous de Ac_3 serait métastable.

La taille des grains affinés est déterminée par le nombre de germes qui dépend essentiellement de la vitesse de chauffage dans le domaine de transformation.

Un revenu prolongé (500 h à 700°C) influe sur la formation des plaques austénitiques équiaxes qui apparaissent à 790°C au lieu de 835°C.

Un maintien à 800°C stabilise ces domaines austénitiques équiaxes et un chauffage ultérieur et rapide à 940°C, entraîne la formation de grains mixtes. Dans les domaines équiaxes, il y a un affinement considérable du grain austénitique.

1,22 - Interprétation des résultats, par SADOVSKII [24]

SADOVSKII a développé les analogies entre le phénomène d'austénitisation et l'écrouissage d'une part, entre l'austénitisation et le mécanisme de la décomposition hétérogène des solutions solides sursaturées, d'autre part.

L'affinement du grain peut provenir de contraintes dues à la trempe initiale ou partiellement à la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ elle-même. Il existe une très grande affinité entre "la phase austénitique durcie" et un métal écroui à froid

Dans certaines conditions, on a pu observer des phénomènes de polygonisation et de recristallisation.

Pour SADOVSKII, il y a deux mécanismes de recristallisation :

- 1 - mécanisme de recristallisation "in situ", sans phénomène de germination et croissance d'une nouvelle phase.
- 2 - mécanisme normal où de nouveaux germes apparaissent :
recristallisation primaire,*
recristallisation secondaire,* où les orientations cristallographiques des nouveaux grains sont différentes de la matrice initiale.

La décomposition hétérogène des solutions sursaturées débute par l'apparition aux joints des grains de nouveaux cristallites à orientation cristallographique différente. Le signe caractéristique de ce type de décomposition est la "recristallisation secondaire" qui n'apparaît pas dans le cas d'une décomposition homogène.

SADOVSKII relève enfin trois mécanismes possibles de la formation de l'austenite :

- 1 - mécanisme "sans diffusion", lorsque l'acier est chauffé très rapidement. Il n'y a pas de "recristallisation secondaire", mais un processus secondaire de recristallisation qui dépend de la température atteinte et du temps de maintien. Un revenu préalable diminue la tendance à la recristallisation de l'austenite et on n'observera souvent qu'une polygonisation à l'intérieur des grains initiaux.
- 2 - mécanisme homogène "avec diffusion" obtenu par chauffage lent. Il n'y a pas de "recristallisation secondaire". Le grain austénitique initial n'est pas modifié. Une élévation de température entraîne parfois l'affinement du grain qui peut être dû à une recristallisation "in situ".
- 3 - mécanisme hétérogène obtenu par chauffage à vitesse intermédiaire. Il y a passage graduel du mécanisme homogène au mécanisme hétérogène. Les nouveaux grains se forment à partir de sites activés, le plus généralement aux joints des anciens grains lorsque la température atteint A_{c3} . C'est le cas le plus fréquent. Un écrouissage préliminaire favorise ce mécanisme.

En conclusion de cette étude, la sous-texture (joints non cohérents) joue un rôle très important. Le processus de formation de l'austenite sera homogène si la sous-texture n'existe pas, et hétérogène si cette sous-texture existe.

La formation de cette sous-texture dépend probablement de la densité des défauts structuraux de l'état initial et de leur variation au cours des transformations.

1,23 - Etude de la transformation allotropique d'un acier "martempered" Z2C8 (Symbolisation AFNOR), par KIDIN [25]

L'étude d'un tel acier évite les complications de la mise en solution du carbone et celles de la traversée du domaine intermédiaire $\alpha + \gamma$.

On peut faire deux hypothèses sur le mécanisme de l'affinement du grain austénitique :

- 1 - Une "précipitation durcissante" apparaît lors de la transformation allotropique et il y aurait dans une certaine mesure augmentation de la densité des dislocations.

* Nous utilisons de préférence comme les Anglo-saxons les termes de restauration au lieu de recristallisation primaire et recristallisation pour recristallisation secondaire, ce dernier terme étant réservé au phénomène de grossissement exagéré du grain.

- 2 - L'affinement du grain serait le fait d'une recristallisation primaire de l'austenite et serait dû à une réduction de la densité des dislocations.

L'affinement du grain est accompagné d'une augmentation de l'énergie libre par unité de volume :

- 1 - Si l'affinement du grain a lieu pendant le processus de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, l'énergie peut provenir de la phase métastable surchauffée. Une surchauffe de 20°C serait suffisante théoriquement pour obtenir un diamètre de grain de l'ordre du micron.
- 2 - Si l'affinement du grain a lieu après la fin de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$, la seule source d'énergie disponible provient des défauts lacunaires, des dislocations initiales ou autres

Dans les expériences de KIDIN, l'état initial fut le suivant :

austenitisation à 950°C ou 1 050°C pendant 2 h, suivie d'un refroidissement lent à 50°C/h. d moyen du grain = 25 μ . HV = 110

Les vitesses d'échauffement ont varié de 0,3° à 10°C/s, la température de chauffage de 850° à 1 250°C, la vitesse de refroidissement était de 10°C/s.

A 0,3°C/s, le grain grossit normalement. Mais lorsqu'on élève la vitesse d'échauffement, l'affinement du grain augmente. Une élévation de température ultérieure entraîne à nouveau un grossissement du grain.

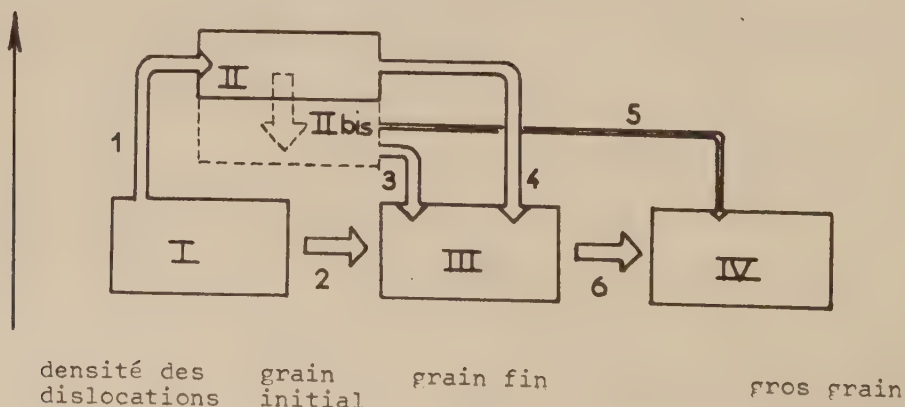
L'affinement du grain peut donc être relié à une diminution de la densité des dislocations. Mais pour observer un affinement du grain, cette densité doit être supérieure à une valeur comprise entre 1 et 4 x 10⁹/cm². Cette densité n'est pas habituelle dans la ferrite recuite. Néanmoins, la transformation entraîne un accroissement de cette densité par :

- 1 - une augmentation de l'interface α/γ
- 2 - une déformation plastique limitée au front de la transformation, due à la différence de volume entre le Fe α et le Fe γ (précipitation durcissante).

Une température élevée n'empêche pas l'apparition des dislocations pendant la formation de la "précipitation durcissante", mais elle accélère leur annihilation par polygonisation et recristallisation.

Dans le cas du grossissement exagéré du grain, l'énergie provient uniquement des anciens joints. Dans le cas de la restauration, il faut tenir compte de l'énergie des dislocations.

Modèle de la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ (fig 1,4)



Lorsque la vitesse de chauffage est lente, le mécanisme homogène de la formation aciculaire de l'austenite a lieu (processus 1). Il y a augmentation de la densité des dislocations. Le grain n'est pas altéré.

Lorsque la vitesse d'échauffement est plus rapide, le mécanisme hétérogène de la formation de l'austenite devient prépondérant (processus 2). Des grains équiaxes d'austenite croissent rapidement dans la ferrite à partir des joints α/α .

Il n'y a pas de sous-texture. La densité des dislocations est plus faible.

En II, la diminution de la densité des dislocations peut être due à un phénomène de polygonisation et l'on obtiendra l'état II bis. Si la polygonisation se poursuit par un phénomène de recristallisation, le grain sera affiné (processus 3).

Des grains équiaxes apparaissent indépendamment en II (interaction des processus 1 et 2) peuvent croître aux dépens de la matrice polygonisée (processus 4) mais le grain sera moins fin.

Le grossissement du grain peut être normal à partir de l'état III (processus 6). On peut aussi avoir un phénomène de recristallisation secondaire à partir des anciens grains polygonisés (processus 5).

1,24 - Etude de la transformation austénitique aux Rayons X, par GRIDNEV [26]

Cette étude a été conduite pour des vitesses d'échauffement très élevées (500°C à 1 000°C/s). Une technique originale de chauffage et d'enregistrement de diagramme de diffraction aux Rayons X a permis à GRIDNEV de suivre la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$ pour des intervalles de temps de l'ordre de quelques micro-secondes

Pour des aciers à 0,3 - 0,45 % de carbone, la quantité de carbone contenue dans l'austenite métastable varie entre 0,5 et 0,6 % de carbone. L'homogénéisation est complète entre 1 000° et 1 050°C.

Pour l'acier eutectoïde initialement trempé, la transformation commence à 750°C et l'austenite formée contient de 0,82 à 0,90 % de carbone. Pour l'acier eutectoïde initialement recuit, l'austenite apparaît à 805° - 810°C et l'austenite formée contient 0,9 % de carbone.

L'austenite se forme donc par un mécanisme de diffusion, mais aux hautes températures, l'ordre des transformations est inversé.

Première hypothèse : mécanisme de diffusion conduisant à des structures conformes au diagramme d'équilibre Fe - Fe₃C.

Deuxième hypothèse : a - Conformément au diagramme d'équilibre métastable, l'austenite se forme par un mécanisme de "non-diffusion".

b - Dans une deuxième étape l'austenite métastable dissout rapidement les carbures et la composition de l'austenite tend à se rapprocher du diagramme d'équilibre.

L'évolution de la ferrite est différente selon l'état initial. Pour les aciers trempés, la ¹ largeur de la raie (211) de la phase α diminue au cours du chauffage. Il y aurait ² interaction de plusieurs phénomènes :

- a- précipitation du carbone de la solution solide α sursaturée.
- b- relaxation des contraintes du deuxième ordre.
- c- augmentation des domaines cohérents de phases dispersées.

Quant aux aciers recuits, la ferrite reste inchangée jusqu'à la transformation $\alpha \rightarrow \gamma$.

1,3 - AUSTENITISATION ET DIFFUSION -

La mise en solution du carbone s'effectue par un mécanisme de diffusion soit dans la ferrite, soit dans l'austenite, ou encore le long d'une interface non cohérente. La texture de la ferrite ou de l'austenite aura donc une très grande influence sur ce phénomène de mise en solution du carbone.

On sait et de SY le rappelle [27], que le carbone diffuse 10 à 100 fois plus vite dans la ferrite que dans l'austenite à température égale.

Les coefficients d'autodiffusion en volume et aux joints des grains du fer sont très différents dans les phases α et γ . Au passage du point de transformation allotropique, $D_{\gamma} \approx 10^2 D_{\alpha}$. Il en résulte que l'autodiffusion intergranulaire observable par les méthodes de traceurs radioactifs aux basses températures du domaine α redevient prépondérante aux basses températures du domaine γ (28). L'utilisation de l'autoradiographie pour mettre en évidence le grain austenitique a été ensuite étendue pour aborder l'étude physique de la transformation [29].

Jusqu'à présent, on considérait que $\ln D = f(1/T)$ était fonction linéaire dans les domaines ferritique et austenitique. Mais, depuis 1960, certains chercheurs et plus particulièrement R.J. BORG et C.E. BIRCHENALL [31] puis R.J. BORG et D.Y. LAI [32] ont nettement mis en évidence l'influence du ferromagnétisme sur l'autodiffusion du fer α et la diffusion de l'or, du nickel et du cobalt dans le fer α .

Au refroidissement, l'effet du ferromagnétisme commence approximativement 40°C au-dessus du point de CURIE, $\lg D$ cesse alors d'être une fonction linéaire de l'inverse de la température et décroît beaucoup plus rapidement. Le passage du point de CURIE se traduit par un point d'inflexion, la vitesse de décroissance de $\lg D$ devenant moins rapide. Aux températures nettement inférieures au point de CURIE, $\lg D$ redevient une fonction linéaire de $1/T$.

Si l'on décrit le phénomène de diffusion à l'aide d'un mécanisme lacunaire, on peut, en principe, séparer l'enthalpie et l'entropie d'activation en deux termes : l'un des termes concernant l'énergie libre* nécessaire à la formation d'une lacune et l'autre correspondant à la mobilité.

$$D = a_o^2 \exp \left[- (\Delta F_m + \Delta F_v) / RT \right]$$

$$= a_o^2 \exp \left[(\Delta S_m + \Delta S_v) / R \right] \times \exp \left[- (\Delta H_m + \Delta H_v) / RT \right]$$

Il est probable que la présence du magnétisme affecte ΔF_m ou ΔF_v . Il en résulte une variation non linéaire de $\lg D$ en fonction de $1/T$.

Certains auteurs ont tenté d'expliquer le phénomène uniquement par le rôle de la concentration des lacunes. Il se peut que le ferromagnétisme entraîne une augmentation du degré d'ordre à courte distance et par la même une diminution de la concentration lacunaire.

Mais, comme le suggèrent STANLEY et WERT [33], le terme mobilité de l'énergie d'activation est très probablement affecté et l'un des facteurs pouvant influencer ΔF_m pourrait être le moment magnétique intrinsèque de l'élément diffusant.

Toutefois, pour R.J. BORG, il semble que la diminution anormale du coefficient de diffusion en dessous de 800°C soit indépendant de l'élément diffusant.

C.G. HOMAN [34] a étudié par la technique des traceurs, la diffusion du carbone dans le fer α pour une gamme de températures de 616° à 844°C. Dans cette gamme de températures, la relation $\ln D = f(1/T)$ ne possède pas les caractéristiques d'une droite. C.G. HOMAN propose un modèle empirique qui fait intervenir la possibilité d'une interaction entre les atomes de carbone et les lacunes.

* En fait, il s'agit ici de l'enthalpie libre G ou énergie libre de Gibbs.

KOCHNOV [35] a vérifié indirectement cette anomalie du point de CURIE sur la diffusion du carbone ou de l'azote en étudiant la recristallisation de ferrites au silicium laminées à chaud.

1- La recristallisation primaire commence à 550°C. Les premières cellules visibles ont de 4 à 5 μ au bout de 1 mn à 700°C, jusqu'à restauration complète.

Ensuite le grossissement du grain devient normal. Le joint devient plus régulier par suite de l'accumulation de défauts ou d'impuretés dans les joints.

2- La recristallisation secondaire commence entre 850° et 920°C. Il y a grossissement sélectif de certains grains, par suite de la décohésion de certains joints d'énergie moindre.

3- Le début de la recristallisation primaire ou de la recristallisation secondaire correspond à un minimum de solubilité du carbone ou de l'azote dans ces ferrites au silicium. Par contre, dans le domaine intermédiaire, on enregistre un maximum de la solubilité à 800°C.

1,4 - BILAN -

Sans vouloir relever les quelques contradictions qui apparaissent dans l'analyse de certains de ces travaux, nous retiendrons simplement dans ce paragraphe les quelques points suivants particulièrement remarquables.

1,41 - Modifications physicochimiques

La décomposition de la cémentite dépend d'une manière très importante de la vitesse d'échauffement.

Les atomes de carbone provenant de cette décomposition deviennent généralement les sites principaux de la germination de l'austenite.

La transformation allotropique dans le sens $\alpha \rightarrow \gamma$ s'effectue avec génération d'un excès de lacunes.

Pour des vitesses d'échauffement intermédiaires, il y a apparition d'une "phase austenitique durcie" ou d'une "précipitation durcissante" à l'interface α / γ .

L'austenite formée en dessous de Ac_3 est probablement métastable.

Il y a interaction entre certaines modifications structurales et la transformation allotropique.

Le point de CURIE influe sur la cinétique de l'autodiffusion de fer α et sur la diffusion du carbone dans le fer α . Cette diffusion est accélérée au-dessus du point de CURIE.

1,42 - Modifications structurales

L'affinement du grain a lieu pour des vitesses d'échauffement intermédiaires. Il n'interviendrait que lorsque la transformation allotropique est terminée.

Par effet purement thermique, la ferrite et l'austenite peuvent être le siège de phénomènes de polygonisation, de restauration ou de recristallisation.

Du fait de la différence de volume entre le fer α et le fer γ , la transformation allotropique dans certaines conditions d'échauffement, influera sur la cinétique du mouvement des lacunes ou des dislocations, et inversement.

La sous-texture joue un rôle très important. La formation de cette sous-texture dépend probablement de la densité des défauts de l'état initial et de leur évolution au cours des transformations.

CHAPITRE II

-:-:-

METHODES D'INVESTIGATION ET RESULTATS OBTENUS

-:-:-

Lorsqu'on veut étudier une transformation donnée, on peut, en fixant tous les paramètres de cette transformation, multiplier les méthodes d'investigation.

Mais on peut, tout aussi valablement, faire varier les paramètres de la transformation et se limiter à quelques méthodes d'investigation éprouvées.

Le nombre de facteurs régissant la transformation $\alpha - \gamma$ est tel que nous nous sommes ralliés à cette deuxième conception. Elle présente, en outre, l'avantage de permettre d'aborder le problème complexe des cinétiques de transformation.

Rappelons brièvement les principales méthodes que l'on peut utiliser.

a) L'étude de l'état du carbone par résistivité, analyse chimique (carbone dissous ou combiné), thermomagnétométrie, dilatométrie (la mise en solution du carbone s'accompagnant d'une légère diminution de la densité), frottement interne.

b) L'étude de l'état du fer par thermomagnétométrie, dilatométrie, (la transformation $\alpha - \gamma$ s'accompagnant d'une augmentation de densité), analyse thermique, rayons X, frottement interne.

Mais, industriellement les propriétés mécaniques restent les plus intéressantes et la dureté est encore, dans ce cas, la plus importante et la moins aléatoire.

Notre choix de méthodes s'est donc porté sur :

- 1 - la dilatométrie directe ou différentielle,
- 2 - la thermomagnétométrie,
- 3 - la dureté et la microdureté,
- 4 - la micrographie optique ou électronique,
- 5 - la microscopie à chaud.

Nos méthodes de traitements thermiques à l'échauffement seront pratiquement semblables à celles préconisées pour étudier les cinétiques de transformation au refroidissement, courbes anisothermes, diagrammes T T T et autres.

Notre domaine de température de prédilection sera naturellement le domaine intermédiaire $\alpha + \gamma$ du diagramme d'équilibre Fe - Fe₃C.

Nous n'avons trouvé qu'exceptionnellement des publications relatives aux aciers hypoeutectoïdes entre 0,15 et 0,40 % de carbone. Cette fourchette de compositions est cependant très importante, puisqu'elle concerne la majorité des aciers de construction industriels.

Leur domaine $\alpha + \gamma$ est assez large pour permettre une analyse plus fine de l'interaction de la mise en solution du carbone avec la transformation allotropique proprement dite et l'effet des joints de grains.

Nous avons utilisé systématiquement des aciers de construction du commerce sous forme de barres rondes ou carrées de diamètre ou côté compris entre 10 et 32 mm. Les dimensions les plus utilisées ont été :

diamètre 16 à 20 mm et hauteur 15 à 20 mm.

Pour la désignation de ces aciers, on utilisera la norme AFNOR NF A 02 001. Les teneurs en éléments principaux d'addition ont été vérifiées par analyse à la fluorescence X.

Les fours de traitements thermiques utilisés ont été des fours classiques semi-industriels : fours à moufle, fours à bain de sels neutres, chauffage au gaz ou par résistance, tous régulés automatiquement.

Notre préférence s'est portée surtout sur les fours à bain de sels neutres. Lors de l'utilisation du four à moufle, la charge fut à chaque fois enterrée dans de la limaille de fonte.

Les enregistrements des cycles de température et le contrôle de la régulation ont été effectués sur armoire MECI. Pour les maintiens isothermes, la précision de la régulation a été au moins égale à $\pm 5^{\circ}\text{C}$. L'origine des temps a été déterminée en immergeant en même temps que la charge, un couple thermoélectrique chromel-alumel ou platine-platine rhodié placé dans une gaine en acier de 4 mm d'épaisseur.

TABLEAU RECAPITULATIF DES ACIERS ETUDIÉS

	XC 10	XC 18	XC 38	XC 48	XC 55	XC 80
C	0,10	0,17	0,36	0,48	0,54	0,81
Mn	0,30	0,43	0,73	0,59	0,49	0,31
Ni	0,17	0,15	0,10	0,04	0,15	0,06
Cr	0,01	0,02	0,01	0,05	0,05	0,02

	10 NC 6	16 NC 6	14 NC 12	35 NC 6	30 NC 11
C	0,15	0,15	0,14	0,35	0,28
Mn	0,77	0,73	0,48	0,77	0,48
Ni	1,4	1,55	2,15	1,4	2,9
Cr	1,07	1,03	0,8	1	0,7

	18 CD 4	25 CD 4	35 CD 4	42 CD 4	15 CDV 6 *
C	0,17	0,25	0,35	0,41	0,15
Mn	0,77	0,67	0,78	0,72	0,90
Ni	0,055	0,26	0,03	0,12	--
Cr	1,01	1,05	1,1	1,12	1,34
Mo	0,30	0,24	0,26	0,26	0,83

Pour les aciers non alliés, l'état initial a été le recuit de normalisation et pour les aciers faiblement alliés un adoucissement par revenu de 10 h à 650°C suivi d'un refroidissement lent.

* Cet acier a été l'objet d'un contrat de recherches demandé par les CHANTIERS de L'ATLANTIQUE (SAINT-NAZAIRE)

2,1 - ESSAIS DILATOMETRIQUES -

Nos essais ont été effectués au dilatomètre système CHEVENARD à enregistrement mécanique : courbes de dilatométrie directe ou différentielle.

La température des éprouvettes a été prise avec un thermocouple Pt-Pt rhodié fixé sur les tubes en silice, en prenant la précaution de placer la soudure à l'aplomb du milieu des éprouvettes. Les deux extrémités de ce thermocouple ont été reliées à un enregistreur de température.

Les premiers essais ont été réalisés en dilatométrie différentielle. Mais cette méthode a été abandonnée au profit de la dilatation directe. En effet, la courbe obtenue en dilatation différentielle donne la différence de dilatation entre l'échantillon étudié et l'étalon en pyros. Cela nécessite à chaque instant que les deux éprouvettes soient à la même température, condition qui ne peut être réalisée que pour des vitesses de chauffage ou de refroidissement relativement lentes.

Aux vitesses d'échauffement rapides, il existe nécessairement un gradient de température entre le pyros et l'échantillon d'une part, entre l'échantillon et le couple d'autre part. De plus, la détermination de Ac_1 pour les vitesses rapides est très imprécise. La rupture de pente classique due à l'apparition de l'austenite est remplacée par un rayon de courbure de plus en plus grand qu'on ne peut résoudre que par la méthode des tangentes.

En dilatométrie directe, la détermination de Ac_1 est beaucoup plus simple. Mais la différence de gradient thermique entre l'échantillon et le couple demeure. Aussi pour les essais à vitesse d'échauffement rapide, nous ne retiendrons que la différence entre Ac_3 et Ac_1 sans trop prêter attention aux températures enregistrées.

Nous comparerons nos résultats à deux études un peu analogues, l'une en échauffement lent et maintien isotherme, l'autre en échauffement très rapide.

2,11 - Analyse d'une expérience en échauffement lent (P. MAYNIER - S.F.A.C. Usine du Creusot)

Cette expérience concerne un acier type XC 38 f.

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al
0,38	0,25	0,73	0,15	0,12	0,04	0,022

$Ac_1 = 735^{\circ}C$

$Ac_3 = 850^{\circ}C$

L'échauffement des éprouvettes a été effectué en deux temps :

$V_c = 600^{\circ}C/h$ jusqu'à $650^{\circ}C$, puis $150^{\circ}C/h$ jusqu'à la température de maintien (0 à 7 h).

Les investigations ont été menées par dilatométrie différentielle.

t	0	15 mn	30 mn	1 h	3 h	7 h
$\theta^{\circ}C$						
725°C	-	3	10	20	30	35
750°C	8	30	40	45	55	58
770°C	35	55	60	65	70	75
780°C	50	66	70	75	80	83
790°C	67	77	81	85	88	92
800°C	82	90	92	95	97	99
830°C	95	96	97	98	99	-

Tableau 1 - Pourcentage d'austenite formée.

Les résultats obtenus sont reportés sur la Fig. 2,1 où l'on a tracé les variations du pourcentage d'austenite obtenue en fonction du logarithme du temps.

- à 725°C, l'austenitisation commence au bout d'un temps d'incubation de l'ordre de 15 mn. Ce temps est de l'ordre de 2 à 3 mn à 750°C.

- à partir de 770°C, la formation de l'austenite semble être une fonction linéaire de $\log t$.

- à temps équivalent, il est intéressant de calculer le gain d'austenite d'une température à l'autre. Par exemple, pour passer de 725°C à 750°C à la vitesse de 150°C/h, il faut 10 mn ; au bout de 10 mn à 725°C, le pourcentage d'austenite formée obtenue par extrapolation est de l'ordre de 3 % et à 750°C au temps 0, ce pourcentage est de 8 % d'où un gain de l'ordre de 5 %.

: 0°C	: 725-750.	: 750-770.	: 770-780.	: 780-790.	: 790-800.	: 800-830.	:
: %	: 3 8	: 16 35	: 47 50	: 58,5 67	: 72,5 82	: 90 95	:
: gain %	: 5	: 19	: 3	: 9,5	: 9,5	: 5	:

Tableau 2 - Gain d'austenite formée

En chauffage normal, il semble donc que le maximum de vitesse de transformation se situe entre 750°C et 770°C, suivie d'une sorte de freinage entre 770° et 780°C.

A 725°C et 750°C, on notera l'allure sigmoïdale des courbes de transformation.

2,12 - Analyse d'une expérience en introduction directe

La méthode utilisée a été l'enregistrement par dilatométrie directe.

Pour réaliser un chauffage rapide, on fait réguler le four à la température voulue et on introduit directement l'éprouvette dans le four.

: Chauffage normal	: 1 000°C/h	:
: Introduction 750°C	: 10 500°C/h	:
: " 800°C	: 10 000°C/h	:
: " 850°C	: 13 500°C/h	:
: " 900°C	: 14 000°C/h	:
: " 950°C	: 14 500°C/h	:
: " 1 000°C	: 15 000°C/h	:

Tableau 3 - Correspondance température d'introduction - vitesse d'échauffement

Nuance		chauffage normal	θ_i 750°C	θ_i 800°C	θ_i 850°C	θ_i 900°C	θ_i 950°C	θ_i 1 000°C
XC 10	Ac1	710	720	750	750	770	775	795
	Ac3	850	(850)	(850)	850	875	885	920
		110	130	160	160	105	110	125
XC 18	Ac1	710	720	740	755	760	760	790
	Ac3	820	795	815	835	845	855	890
		110	75	75	80	85	95	100
XC 36	Ac1	715	720	745	755	760	760	805
	Ac3	775	755	790	810	825	825	870
		60	35	45	55	65	65	65
XC 48	Ac1	720	725	755	755	770	770	795
	Ac3	765	755	785	805	820	820	850
		45	30	30	50	50	50	55
XC 55	Ac1	710	720	750	750	760	760	805
	Ac3	750	750	790	790	815	815	860
		40	30	40	40	55	55	55
XC 80	Ac1	720	730	750	755	755	755	790
	Ac3	750	750	780	790	790	795	830
		30	20	30	35	35	40	40

Tableau 4 - Récapitulation des résultats.

Compte tenu des restrictions précédentes, on peut calculer l'ordre de grandeur des vitesses d'échauffement à partir des courbes d'enregistrement des températures.

Le gradient thermique entre l'échantillon et le couple est certainement trop important pour que les valeurs de Ac_1 et Ac_3 aient une signification quelconque. Mais par contre, leur différence permet d'apprécier l'importance du domaine $\alpha-\gamma$.

On peut remarquer sur la Fig. 2,2 qui représente la variation de $Ac_3 - Ac_1$ en fonction de la température d'introduction θ_i que le maximum d'activité de la transformation $\alpha-\gamma$ se situe encore entre 750°C et 800°C.

Sur les enregistrements dilatométriques (Fig. 2,3), la pente correspondant à la transformation austénitique est caractéristique. Pour des introductions à 750°C et 800°C, cette pente est beaucoup plus accentuée, indiquant par là une vitesse de transformation plus importante. Cette remarque est valable pour tous les aciers du tableau 4.

G. MIMA [36] a obtenu des résultats semblables sur un acier non allié à 0,68 % de carbone. Avec un appareil original permettant la mesure de la dilatation absolue, il a étudié les variations de longueur d'échantillons de 2 mm de diamètre et 20 mm de longueur introduits directement dans un bain de plomb à différentes températures (Fig. 2,4).

A 750°C, après un temps d'incubation de 60 secondes, la première contraction due à la transformation allotropique est terminée en 40 secondes.

Pour G. MIMA, la deuxième contraction enregistrée est due à une distribution plus régulière du carbone par homogénéisation de l'austenite. Mais elles peut être imputée par ailleurs à une diminution de la densité des lacunes introduites lors de l'austenitisation.

A 800°C, la transformation commence à 3 s et se termine au bout de 10 s environ.

A 850°C, le temps d'incubation est de l'ordre de 2 mn et la transformation $\alpha-\gamma$ est terminée au bout de 6 mn environ.

Là encore, il y aurait un maximum de réactivité entre 750 et 800°C

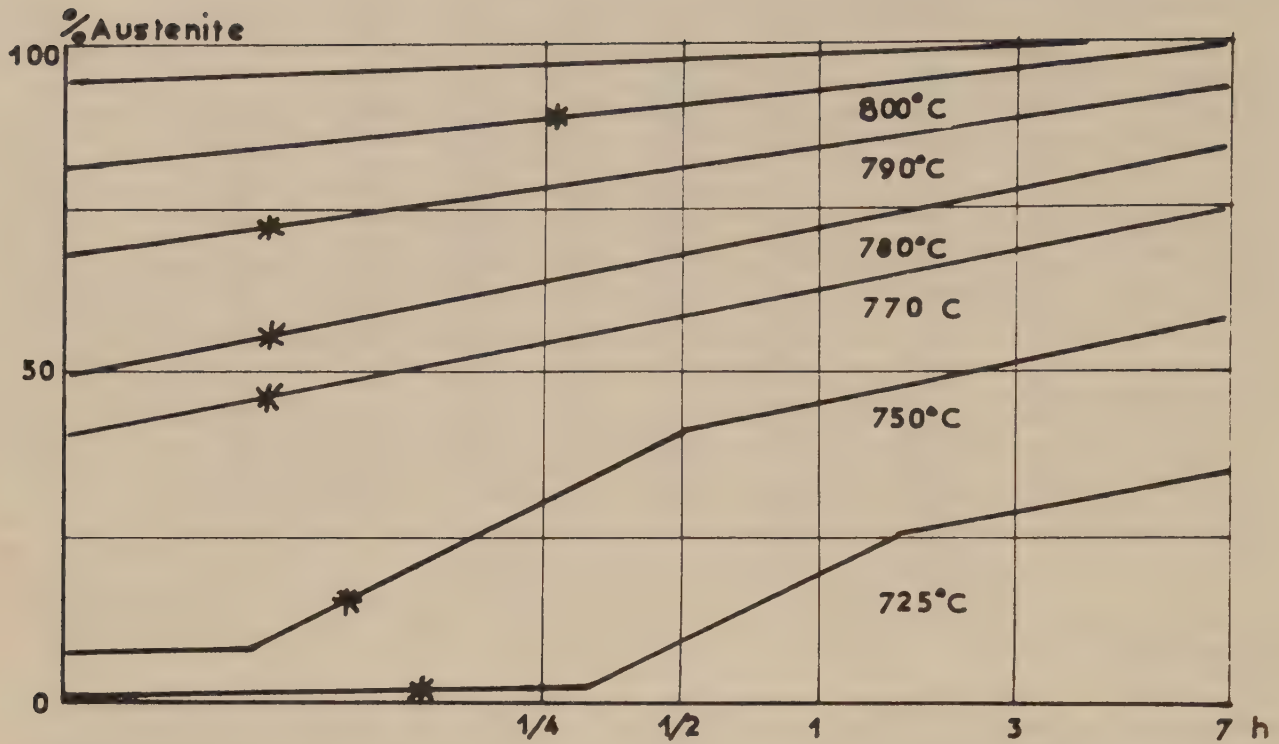


Fig 2,1—XC 38 f— Isothermes en échauffement lent
P. MAYNIER [36]

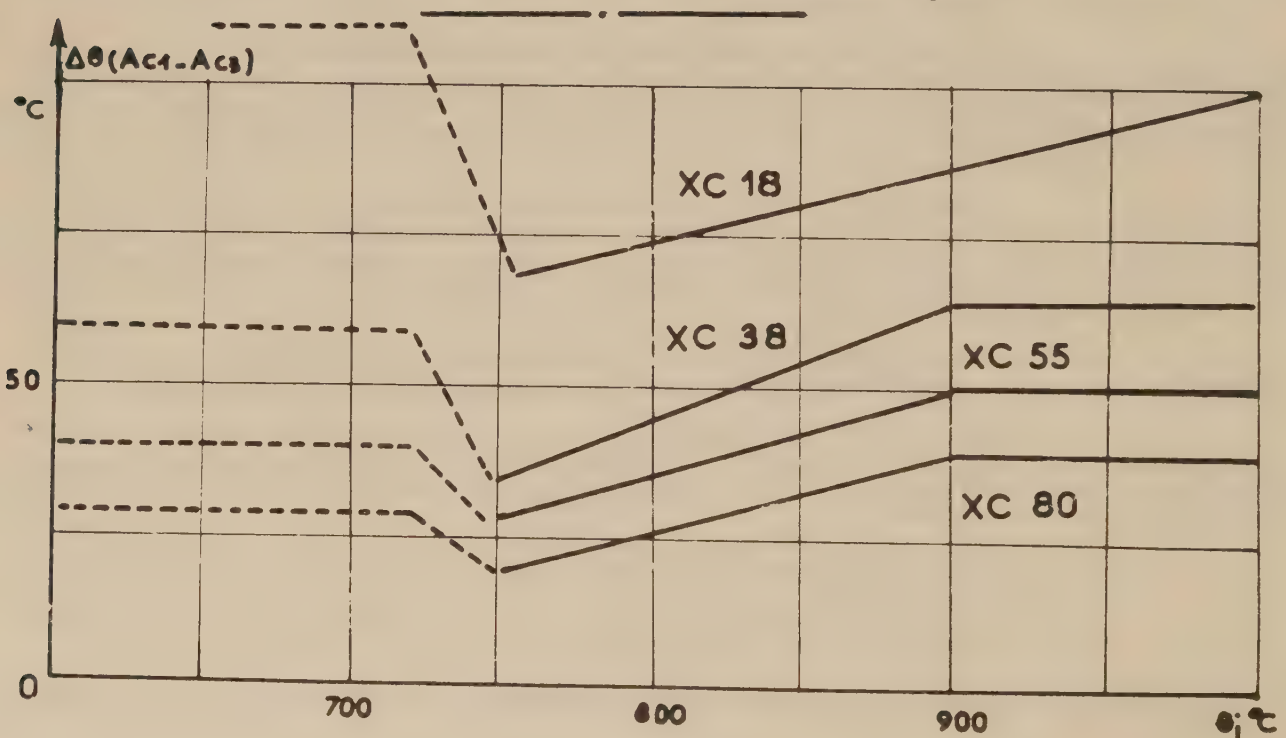


Fig 2,2 — Variations de l'intervale $Ac1-Ac3$ en fonction de la température d'introduction θ_i

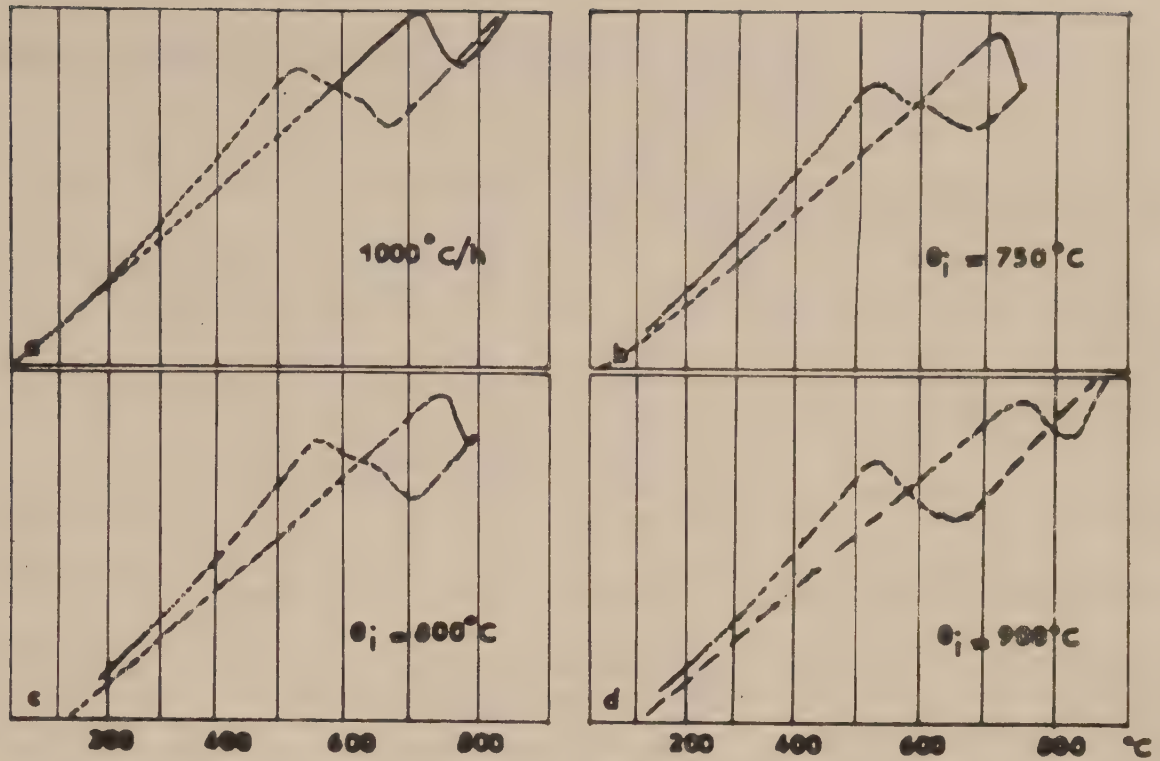


Fig 2,3 — Dilatogrammes de l'acier XC 38

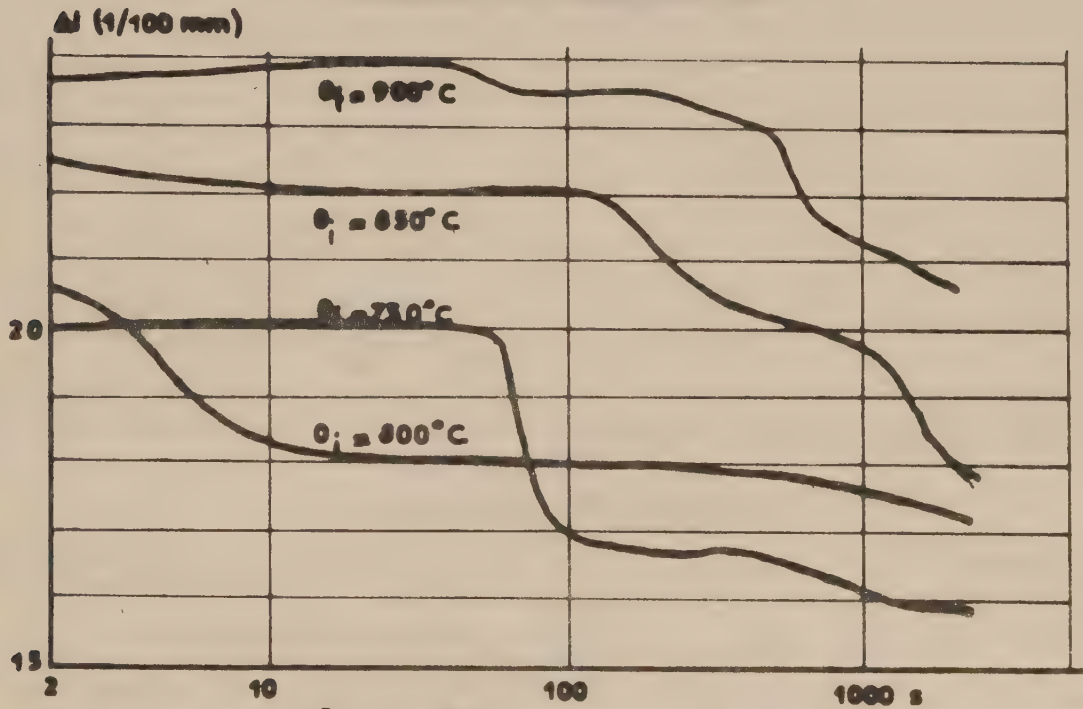


Fig 2,4 — Acier à 0,63 % de carbone, normalisé — G: NIMA [37]

2,13 - Analyse de quelques expériences particulières en maintien isotherme

Ces expériences ont porté sur les aciers XC 38, XC 55, 30 NC 11 et 35 CD 4.

Pour l'acier XC 55 introduit directement à 500°C, puis chauffé à 300°C/h, le point Ac_1 reste inchangé à 710°C.

Pour l'acier XC 38 (Fig. 2,5), introduit directement à 700°C, puis chauffé à 300°C/h, le point Ac_1 est augmenté de 20°C. La pente correspondant à la transformation est analogue à celle obtenue pour une introduction à 750 ou 800°C (Fig. 2,3).

Pour les aciers 30 NC 11 et 35 CD 4, introduits directement à 650°C puis chauffés à 300°C/h, on obtient un abaissement des points Ac_1 : 705°C au lieu de 720°C pour le 30 NC 11 : 745°C au lieu de 760°C pour le 35 CD 4.

Les temps de maintien ont été de 2 h 1/4 à 765°C pour l'XC 38, 3 h à 720°C pour l'XC 55, 4 h à 735°C pour le 30 NC 11 et 18 h à 745°C pour le 35 CD 4.

Une légère dilatation indique que la transformation austénitique est terminée au bout de 2 h pour l'XC 38 et 2 h 30 pour le 30 NC 11.

Pour les nuances XC 55 et 35 CD 4 (Fig. 2,5), on notera une anomalie importante lors du chauffage après maintien : il y a une dilatation suivie d'une contraction avant la fin de la transformation. Il est probable qu'une certaine proportion de ferrite soit stabilisée lors du maintien et que lors du chauffage ultérieur l'austenite se dilate normalement alors que la transformation de la ferrite résiduelle n'intervient qu'avec un certain retard.

Ce phénomène de dilatation-contraction entraîne une élévation du point Ac_3 , 5°C pour l'acier XC 55 et 20°C pour l'acier 35 CD 4.

Enfin, il est intéressant de comparer les courbes de refroidissement à l'air obtenues après maintien à celles obtenues au cours des essais précédents pour la même température de fin de chauffage.

Pour l'acier XC 38, les courbes de refroidissement sont identiques

Pour l'acier XC 55, il y a un abaissement de 30°C du domaine de transformation (660-580°C pour l'essai normal, 630-550°C pour l'essai avec maintien)

Pour l'acier 30 NC 11, cet abaissement est plus important et la transformation est plus rapide (460-360°C au lieu de 600-410°C).

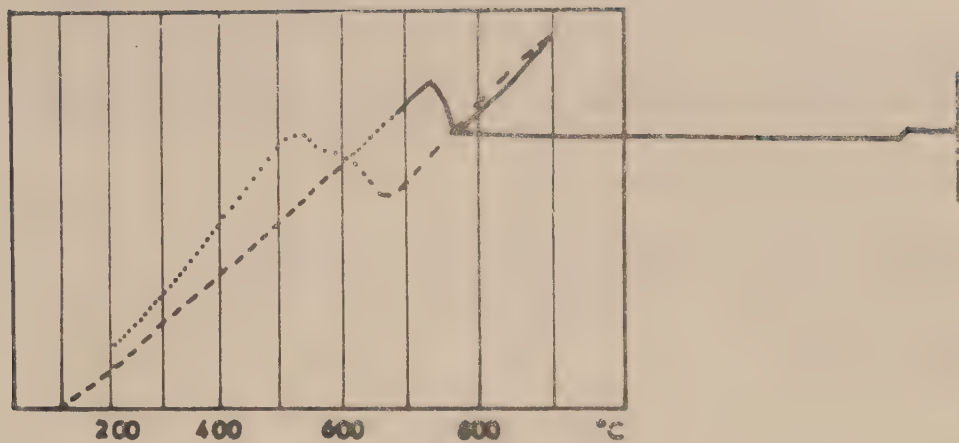
Pour l'acier 35 CD 4, la différence est encore plus nette : dans l'essai normal, on traverse le domaine supérieur entre 700 et 625°C, puis le domaine bainitique entre 520 et 425°C, alors que pour l'essai avec maintien, on ne traverse que le domaine bainitique entre 500 et 375°C.

2,14 - Remarques sur les essais dilatométriques

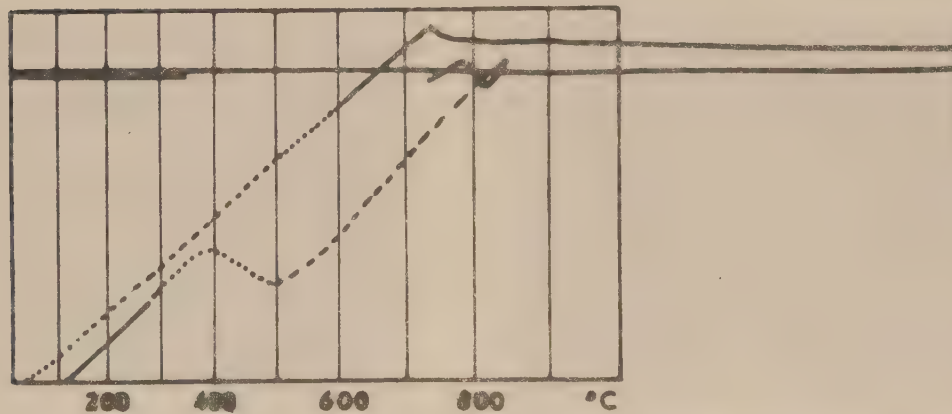
La forme des courbes sigmoïdales de certains enregistrements dilatométriques implique que la transformation austénitique à l'échauffement est une transformation par germination et croissance.

Dans beaucoup de réactions, la vitesse de germination est principalement déterminée par une équation statistique de BOLTZMANN avec une énergie d'activation qui décroît plus que linéairement avec la température.

La vitesse de germination croît donc rapidement à mesure que la surchauffe ou la sursaturation augmente.



a - XC 38 - $\theta_i = 700^\circ\text{C}$, chauffage 300°C/h jusqu'à 743°C ,
maintien 2 h 1/4,
chauffage normal jusqu'à 900°C ,
refroidissement air -
_____ $Ac_1 = 735^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 765^\circ\text{C}$



b - 35 CD 4 - $\theta_i = 650^\circ\text{C}$, chauffage 300°C/h , jusqu'à 743°C ,
maintien 16 h,
chauffage normal jusqu'à 850°C ,
refroidissement air -
 $Ac_1 = 745^\circ\text{C}$, $Ac_3 = 825^\circ\text{C}$

Echauffement normal 1000°C/h $Ac_1 = 760^\circ\text{C}$ $Ac_3 = 815^\circ\text{C}$

Fig 2,5 - Dilatogrammes en maintien isotherme.

La vitesse de croissance, au contraire, est contrôlée par une énergie d'activation qui est presque indépendante de la température. Cette vitesse croît avec la température.

On peut appliquer la loi cinétique d'AVRAMI [38] pour les transformations isothermes :

$$\xi = 1 - \exp(-kt^n)$$

où ξ est le pourcentage de phase transformée, k la constante de vitesse, t le temps et n un coefficient de la réaction.

Si ξ_1 , t_1 et ξ_2 , t_2 correspondent à deux moments de la transformation on a :

$$n = \frac{\lg \frac{\lg 1/(1 - \xi_1)}{\lg 1/(1 - \xi_2)}}{\lg \left(\frac{t_1}{t_2} \right)}$$

(Fig. 2,1) on a : Pour un échauffement à 150°C/h jusqu'à la température de 725°C

$n = 2$ entre 15 et 30 mn
 $n = 1$ entre 30 et 60 mn

Ce qui implique qu'en vitesse d'échauffement lent, tous les sites d'activation sont déjà saturés à 725°C au bout de 15 mn. Après saturation, la germination de l'austenite aurait un caractère aciculaire entre 15 et 30 mn, et cette germination deviendrait équiaxe entre 30 et 60 mn. Ensuite, seule la vitesse de croissance contrôle le processus de transformation.

on a : Pour un échauffement par introduction directe à 750°C (Fig. 2,4)

$n = 5,5$ entre 60 et 100 s.

Ici, la transformation austénitique s'effectue avec une augmentation de la vitesse de germination.

En conclusion :

- a) - les anomalies au chauffage proviennent très probablement du mode de germination de l'austenite et même plus précisément du mode d'activation des sites de germination possibles,
- b) - la transformation austénitique est plus rapide lorsque l'on chauffe rapidement l'acier dans un domaine compris entre 750 et 800°C,
- c) - la programmation à l'échauffement entraîne des répercussions certaines sur les transformations obtenues au refroidissement. (amélioration probable de la trempabilité, entre autres)

2,2 - ESSAIS THERMOMAGNETOMETRIQUES -

L'aimantation, manifestée par un échantillon ferromagnétique dans un champ H , évolue en fonction de la température. Si la température s'abaisse, l'aimantation croît ; si la température s'élève, l'aimantation décroît.

L'analyse thermomagnétométrique permet d'enregistrer directement l'intensité d'aimantation en fonction de la température.

A une certaine température, l'agitation thermique l'emporte sur les forces magnétocristallines responsables de l'ordre : l'aimantation spontanée disparaît et il n'y a plus alors qu'une assemblée de porteurs magnétiques pratiquement indépendants les uns des autres. C'est le point de CURIE.

Le point de CURIE est marqué par un certain nombre d'anomalies qui permettent sa détermination.

- a) L'analyse thermomagnétométrique met nettement ce point en évidence. La courbe d'aimantation en fonction de la température doit être enregistrée dans des inductions modérées de l'ordre de quelques centièmes de tesla. La température du point de CURIE augmente dans les champs forts. En fait il faudrait la déterminer dans un champ nul, mais son évolution en fonction du champ est lente.
- b) La chaleur volumique présente un pic caractéristique au point de CURIE.
- c) Au point de CURIE, il y a également une anomalie dilatométrique qui se traduit pour le fer par une expansion.
- d) Selon certains, la diffusion augmente légèrement au passage du point de CURIE.

2,21 - Aciers non alliés

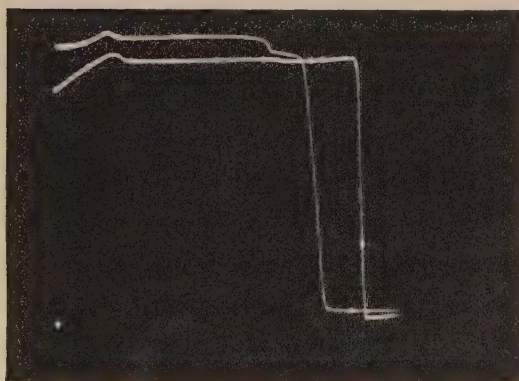


Fig. 2,6
XC 80-Echauff. 300°C/h-Refr 300°C/h
Ac₂ = 750°C Ar₂ = 660°C

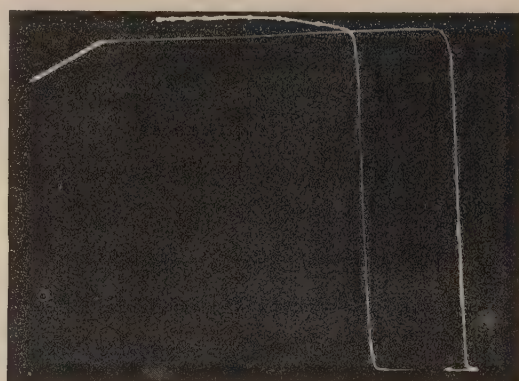


Fig. 2,7
XC 80-Echauff. 15000°C/h-Refr. four.
Ac₂ = 820°C Ar₂ = 665°C

L'acier XC 80 présente à l'état recuit un agrégat de deux constituants ferromagnétiques : la ferrite et la cémentite.

En échauffement lent, (Fig. 2,6), le premier crochet à 210°C correspond au point de CURIE de la cémentite. A 750°C, la chute brusque de la courbe correspond au point de CURIE de l'acier XC 80.

Au refroidissement, la transformation inverse est affectée d'une hystérésis de 90°C et l'aimantation est plus importante qu'à l'échauffement.

En effet, placé dans le champ d'un aimant, l'échantillon prend une

aimantation inférieure à celle que l'on observerait si l'hystérésis n'existait pas. Comme cette hystérésis se détruit par chauffage, la courbe retour se place au-dessus de la courbe aller. Tous les alliages ferromagnétiques sont affectés par cette hystérésis.

L'oxyde formé à la surface de l'échantillon pendant le chauffage donne un crochet à 560°C, point de CURIE de la magnétite $\text{Fe Fe}_2 \text{O}_4$ (ferrite spinelle)

En échauffement rapide (Fig. 2,7), le point Ac_2 est décalé de 70°C et l'hystérésis est plus importante. Le crochet dû à la transformation de la cémentite est masqué et l'oxydation de l'échantillon étant moins importante, l'anomalie due à la magnétite est moins prononcée.

Les résultats obtenus pour les aciers non alliés de 0,1 à 0,8 % de carbone sont très analogue. Ils sont résumés sur la Fig. 2,9 et on peut noter que :

- a) - le point de CURIE en échauffement rapide augmente de 50 à 70°C par rapport à l'échauffement lent. Comme pour les essais dilatométrique, le gradient thermique pyros-échantillon est probablement en cause.
- b) - l'hystérésis est une fonction croissante du pourcentage en carbone et peut naturellement être rattachée à la notion de trempabilité.

2,22 - Aciers faiblement alliés

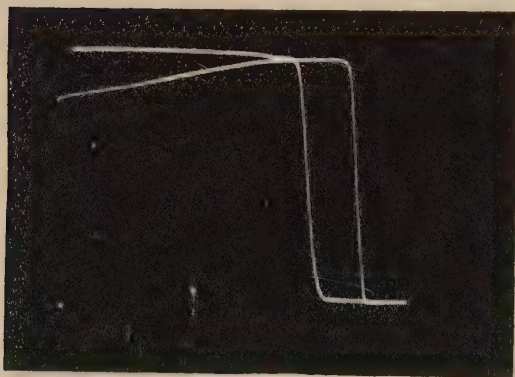


Fig. 2,10
30 NC II-Echauff. 300°C/h-Refr. 300°C/h
 $\text{Ac}_2 = 735^\circ\text{C}$ $\text{Ar}_2 = 650^\circ\text{C}$

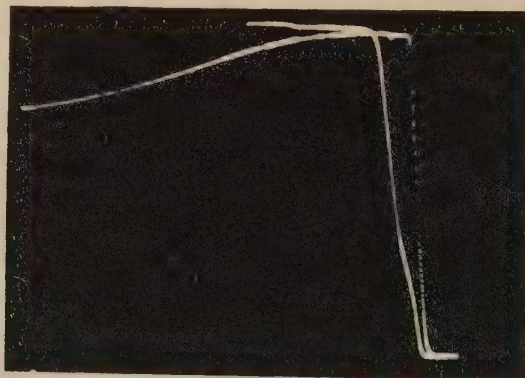


Fig. 2,11
35 CD 4-Echauff. 300°C/h-Refr. 300°C/h
 $\text{Ac}_2 = 750^\circ\text{C}$ $\text{Ar}_2 = 710^\circ\text{C}$

Pour les aciers nickel-chrome-molybdène, l'augmentation du ferromagnétisme est constante et régulière de l'ambiante à 600°C environ, alors que pour les aciers non alliés, l'aimantation est pratiquement constante à partir de 200°C.

Les aciers au nickel-chrome ont, en général, une meilleure trempabilité que les autres aciers de construction ; de ce fait l'hystérésis de ces aciers sera plus importante : 85°C en échauffement lent pour le 30 NC 11 (Fig. 2,10).

Le crochet dû à la magnétite provenant de l'oxydation est aussi décelable à 560°C au refroidissement.

Pour les aciers au chrome-molybdène, et même pour certains aciers au nickel-chrome comme le 16 NC 6 qui contenant 1,03 % de chrome, la courbe d'aimantation présente au refroidissement une inflexion très prononcée (Fig. 2,11). Il y a comme une sorte de retard à la récupération du ferromagnétisme.

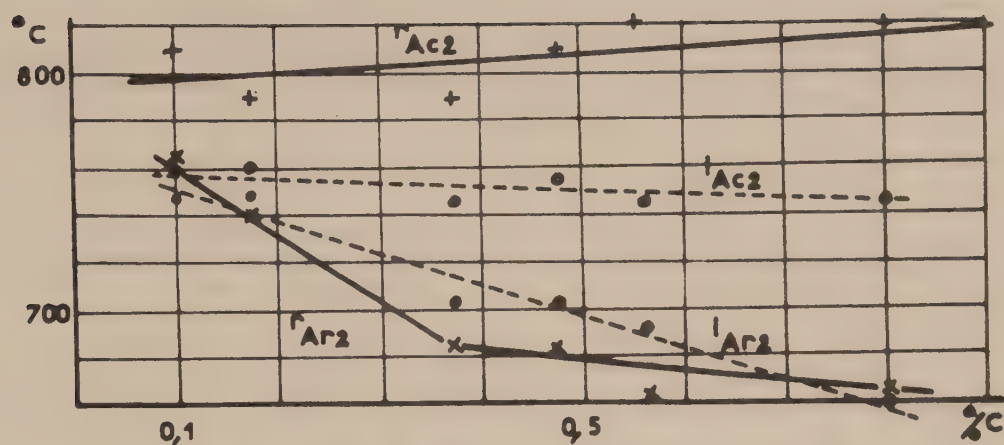
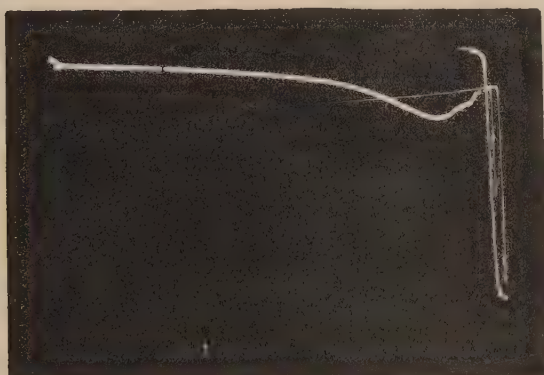
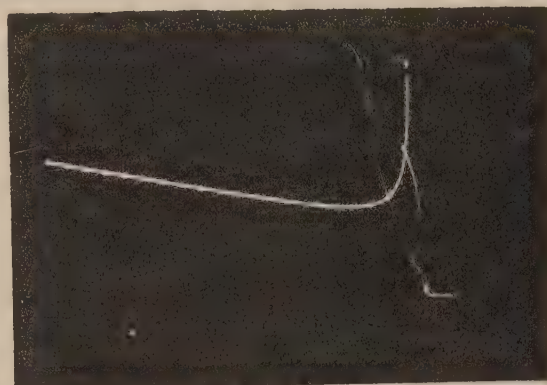


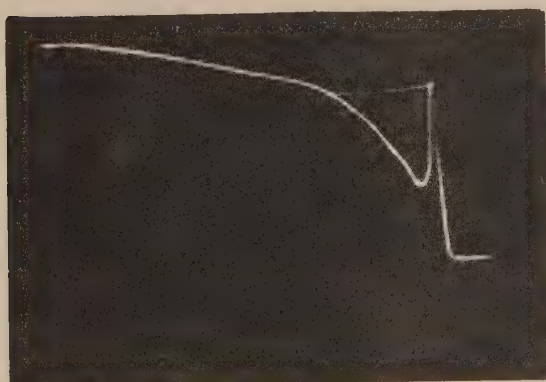
Fig 2,9 - Variation de Ac_2 et Ar_2 , en fonction du % de carbone.
Echauffement lent (l), échauffement rapide (r).



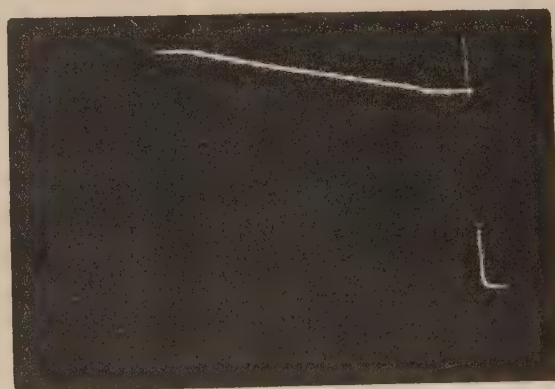
a - XC 38 - 300°C/h , 735°C , 22 h
 $Ac_2 = 740^\circ\text{C}$



b - 30 NC 11 - 300°C/h , 725°C , 19 h
 $Ac_2 = 735^\circ\text{C}$



c - XC 55 - 300°C/h , 745°C , 19 h
 $Ac_2 = 750^\circ\text{C}$



d - 35 CD 4 - 300°C/h , 745°C , 15 h
 $Ac_2 = 750^\circ\text{C}$

Fig 2,12 - Thermomagnétogrammes en maintien isotherme.

2,23 - Thermomagnétométrie en maintien isotherme

Les quatre nuances d'aciers étudiés en maintien isotherme de longue durée, ont été les mêmes qu'en dilatométrie, à savoir les aciers XC 38, XC 55, 30 NC 11 et 35 CD 4 que l'on a maintenus à $A_{c2} - 5^{\circ}\text{C}$ pendant des temps compris entre 15 et 22 h.

Les courbes obtenues (Fig. 2,12) sont assez particulières et n'ont jamais été étudiées, jusqu'ici, croyons nous.

Après 1 h pour l'acier XC 55, 2 h pour les aciers XC 38 et 35 CD 4 et 3 h pour l'acier 30 NC 11, l'aimantation croît régulièrement en fonction du temps. Mais selon les nuances, cette augmentation de l'aimantation est précédée d'une chute plus ou moins prononcée.

L'interprétation de ces courbes est particulièrement délicate, mais on peut cependant proposer quelques hypothèses.

Tout d'abord, on peut remarquer que la chute d'aimantation avant A_{c2} est proportionnelle au pourcentage d'austenite formée.

A 745°C , la transformation n'est pratiquement pas commencée pour le 35 CD 4, alors que pour le 30 NC 11 le pourcentage d'austenite formée est déjà de l'ordre de 60 %.

Nous avons donc selon les nuances un mélange de phases ferritique et austénitique.

Or, A. MICHEL signale que l'on a pu déterminer par extrapolation le caractère magnétique du fer γ cubique à faces centrées, qui n'est stable qu'au-delà de 900°C et que l'on a trouvé que cette forme du fer était antiferromagnétique avec un point de NELL à 80°C [39]

Il est fortement probable que cette chute d'aimantation à 5 ou 10°C en dessous de A_{c2} , soit due à l'antiferromagnétisme du fer γ .

Quant à l'accroissement ultérieur de l'aimantation, il est tout simplement dû à une oxydation progressive et régulière de l'échantillon en fonction du temps. Cette oxydation entraîne une augmentation de poids de l'échantillon, d'où un déséquilibre de la balance qui se traduit lors de la détermination ultérieure de A_{c2} par un déplacement des courbes vers le haut.

A noter encore l'inflexion prononcée de la courbe retour du 30 NC 11 après maintien.

2,24 - Remarques sur les essais thermomagnétométriques

Les essais en maintien isotherme montrent clairement que l'austenite formée en dessous de A_{c2} a un caractère métastable. En effet, l'apparition de l'antiferromagnétisme de l'austenite est relativement lente et ce phénomène est probablement régi par des lois statistiques.

Les éléments d'addition influent sur la position de A_{c2} par rapport à l'intervalle $A_{c1}-A_{c3}$. Pour les aciers au chrome-molybdène A_{c2} et A_{c1} sont pratiquement confondus, alors que pour l'acier 30 NC 11, A_{c2} est plus proche de A_{c3} que de A_{c1} .

L'hystérésis au refroidissement peut être un critère de la trempe-caractéristique et le dédoublement du thermomagnétogramme au refroidissement est dû au coefficient de partage des éléments d'addition entre la ferrite et la cémentite.

2,3 - ESSAIS DE DURETE -

Dans le cas des traitements thermiques, la dureté est certainement la caractéristique mécanique qui paraît la plus importante et la moins aléatoire. Sa simplicité en fait par ailleurs un instrument de contrôle de choix.

Mais, il est cependant nécessaire de prendre certaines précautions, si l'on veut que l'essai de dureté soit fiable.

Il faut tout d'abord éliminer "la couche blanche" superficielle qui apparaît après certains traitements mécaniques comme la rectification et même lors de certains traitements thermiques.

Cette "couche blanche" a déjà été étudiée par quelques auteurs et plus particulièrement par C. SAUVAIRE [40]. Cette couche superficielle est fonction des conditions de rectification et peut atteindre une épaisseur variable entre 160 et 350 microns. Elle est plus importante dans le cas des structures martensitiques.

On peut la mettre en évidence par examen micrographique ou tout simplement en effectuant sur la même plage une série de microduretés sous charge croissante. La dureté est directement proportionnelle à la charge et inversement proportionnelle au carré de la diagonale de l'empreinte. Dans l'essai VICKERS, les empreintes restent homothétiques lorsque l'on fait varier la charge. La courbe de la charge en fonction du carré de la diagonale doit être une droite dont la pente donne la dureté

Dans le cas d'une couche superficielle dure et fragile, on observe un changement de pente de cette droite à partir d'une certaine charge, ce qui peut donner un ordre de grandeur de l'épaisseur de la "couche blanche".

Quoiqu'il en soit, cette "couche blanche" peut être évitée ou éliminée après rectification par polissage sous eau.

Une autre difficulté provient de la décarburation superficielle que l'on évite difficilement aux hautes températures. Cet inconvénient est fortement limité lorsqu'on opère un bain de sels neutres ou en charge enterrée dans de la limaille de fonte.

D'autre part, les essais de dureté doivent être conduits statistiquement [41]. Systématiquement, tous les échantillons ont subi 12 essais de dureté VICKERS sous une charge de 20 ou 40 daN.

Dans le cas d'un petit nombre de mesures, l'intervale de confiance de la moyenne est compris entre deux valeurs telles que :

$$\bar{d} - t_{\alpha}^n \frac{s}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{d} + t_{\alpha}^n \frac{s}{\sqrt{n}}$$

t varie avec chaque échantillon. Comme on a utilisé qu'une seule relation, celle du calcul de la moyenne, le nombre de degrés de liberté est n-1. On entrera donc dans la table à la ligne n-1.

En remplaçant s par sa valeur $\sqrt{\frac{\sum (d - \bar{d})^2}{n-1}}$, l'expression de l'intervale de confiance est finalement, au seuil de probabilité de 0,01 :

$$\bar{d} - t_{0,01}^n \sqrt{\frac{\sum (d - \bar{d})^2}{n(n-1)}} < \mu < \bar{d} + t_{0,01}^n \sqrt{\frac{\sum (d - \bar{d})^2}{n(n-1)}}$$

Pour n = 12 par exemple, on entre dans la table à la ligne 11 et dans la colonne 0,01 on lit :

$$t_{0,01} = 3,106$$

Tous les calculs sont faits sur la moyenne des deux diagonales de l'empreinte de dureté. On en déduit un écart type, d'où des valeurs maximale et minimale de la dureté, valeurs qui permettent de tracer deux courbes qui limitent un domaine valable avec une probabilité de 99 %.

Nous avons classé nos essais de dureté par rapport aux différents modes de programmation des traitements thermiques étudiés : essai isocinétique Γ_v , essais isothermes, isosclères et histogramme.

Certains échantillons présentent des phénomènes de dispersion de dureté relativement importants, phénomènes que nous étudierons à la fin de ce chapitre.

2,31 - Essai isocinétique

Dans un bain de sels neutres (ST 540), on introduit à la température de 700°C, après un léger dégourdissage, un lot de 15 échantillons d'une même nuance d'acier. Après mise en équilibre thermique du four et de la charge, la vitesse d'échauffement du four est de 4°C/mn (vitesse d'échauffement normal de ce type de four).

On retire, à partir de 720°C, un échantillon tous les 10°C, jusqu'à 860°C, échantillon que l'on trempe rapidement dans une grande quantité d'eau salée.

On effectue les essais systématiques de dureté et l'on trace la courbe isocinétique Γ_v^θ de la dureté en fonction de la température. Le terme isocinétique implique une cinétique d'échauffement linéaire ; l'indice v représente la vitesse d'échauffement en °C/mn, l'exposant θ représente la température d'introduction

Cet essai est essentiellement fonction du four utilisé : homogénéité du gradient thermique et vitesse d'échauffement du four que l'on peut modifier par programmation. Il peut s'effectuer en four à moufle, mais compte tenu des courants de convection, il est préférable d'opérer en charge enterrée dans de la limaille de fonte.

Comme dans tout essai dynamique, la détermination de la température vraie reste délicate. On peut résoudre ce problème en incorporant un couple dans la charge enterrée par exemple, ou pour les bains de sel, en utilisant des gaines métalliques de protection du couple, dont l'inertie thermique sera à peu près équivalente à celle des échantillons étudiés.

Il n'en reste pas moins qu'à même programme d'échauffement, les courbes obtenues dans différents fours seront homothétiques.

Cette technique a déjà été utilisée par SOKOLOV et autres [23] dans l'étude de l'influence du facteur vitesse d'échauffement sur la régénération du grain des aciers hypereutectiques.

Pour tester leurs aciers à l'échauffement, les Suédois utilisent une méthode originale qui consiste à placer dans l'inducteur d'un four HF l'extrémité d'une barre carrée de la nuance à étudier et à la maintenir une dizaine de minutes avant de la tremper à l'eau salée.

Il s'établit de cette manière un gradient thermique, et une filiation de dureté sur le barreau trempé donne certaines indications intéressantes sur le comportement de l'acier à l'échauffement.

Cette méthode pourrait d'ailleurs être améliorée en utilisant un four à gradient thermique linéaire, que l'on peut réaliser en éliminant convenablement les pertes calorifiques par convection et rayonnement, l'expression de la conduction calorifique étant considérée comme linéaire.

2,311 - Les courbes isocinétiques Γ_v^θ et les points de transformation

Les courbes isocinétiques Γ_v^θ obtenues pour différentes nuances d'aciers traitées de manière identique, présentent entre elles certaines similitudes.

A partir de Ac_1 , température de début de transformation, il y a tout d'abord une augmentation rapide de la dureté, suivie d'une sorte de freinage qui intervient à 770°C pour le 16 NC 6 (Fig. 2,13), à 750°C pour l'acier XC 38 (Fig. 2,15), à 735°C et 775°C pour les aciers 30 NC 11 et 35 CD 4 (Fig. 2,14, et 2,16). Ensuite les courbes isocinétiques Γ_v^θ passent par un maximum qui correspond à l'obtention de l'austenite hétérogène (voir A. de SY [15]).

L'homogénéisation de l'austenite après Ac_3 est très généralement caractérisée par une courbe en forme de W. On retrouve d'ailleurs ces courbes en forme de W dans l'étude des isothermes au-dessus de Ac_3 (isothermes en introduction directe).

Il est intéressant pour mieux repérer la température où l'isocinétique Γ_v^θ change de pente, de tracer en superposition la courbe $\frac{dHV}{d\theta}$ en fonction de θ . Les deux premiers points où cette courbe s'annule, donnent respectivement Ac_1 et Ac_3 .

Sans vouloir comparer exactement les résultats obtenus par dilatométrie et par les courbes isocinétiques Γ_v^θ , on peut toutefois noter une très bonne correspondance entre les $\Delta(Ac_3-Ac_1)$ obtenus par l'une ou l'autre méthode.

nuance	XC 18	XC 38	XC 48	XC 55	XC 80	14 NC 11	16 NC 6	30 NC 11	35 CD 4
Δ dilat-°C	110	60	45	40	30	60	45	65	55
Δ isocin Γ_4^θ	100	50	45	40	10-20	60	70-75	45	55

D'autre part, on retrouve exactement le même ralentissement de la vitesse de réaction à mi-austenitisation que par l'essai dilatométrique, avec un programme d'échauffement à peu près similaire. (cf § 2,11). On constate que pour les aciers non alliés, la dérivée seconde $\frac{d^2HV}{d\theta^2}$ s'annule assez exactement au point de CURIE.

Pour les aciers contenant 1 % de chrome, Ac_2 est inférieur à la température déterminée par cette méthode.

Cette température correspond probablement à une transformation du deuxième ordre, comme on l'admet communément pour la perte du ferromagnétisme.

L'intérêt de la détermination des points de transformations par cette méthode réside dans le fait que l'on tient compte du facteur four, du milieu d'échauffement, de la forme et des dimensions de pièces.

Elle permet aussi, dans une certaine mesure, de s'affranchir de la détermination de la température vraie et de l'inertie thermique des pièces.

Pour un four donné, ces courbes isocinétiques Γ_v^θ sont reproductibles et l'on peut comparer valablement les réactions à l'échauffement de différentes nuances d'aciers.

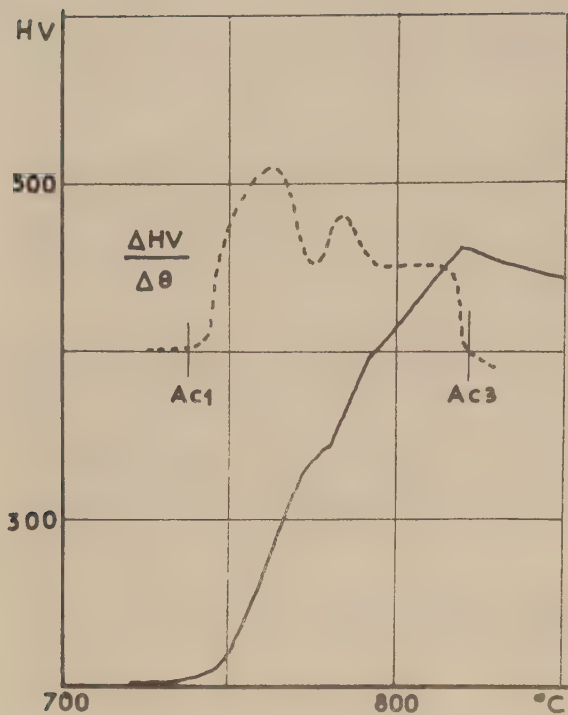
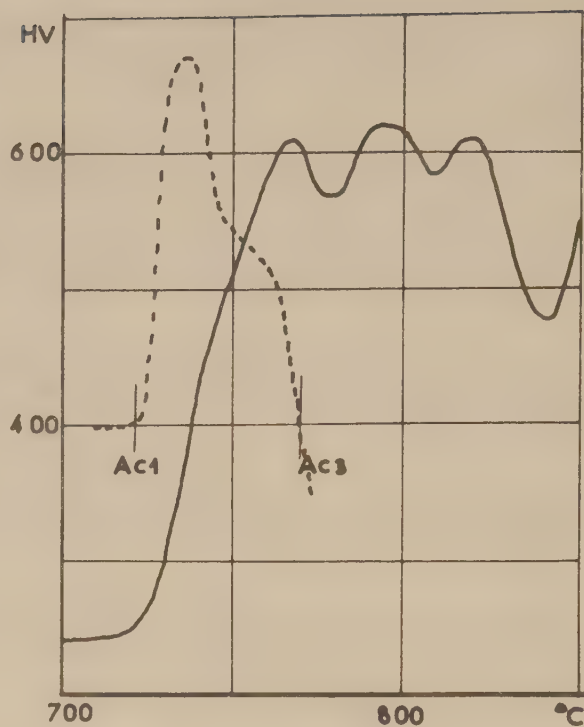


Fig 2,13-Isocinétique $\int_4^{700}$ -16 NC 6



Fig,2 14-Isocinétique $\int_4^{700}$ -30 NC 11

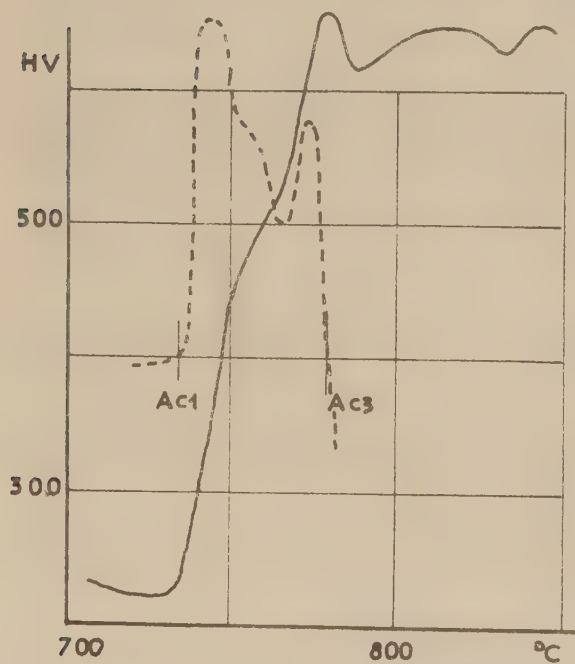


Fig 2,15-Isocinétique $\int_4^{700}$ -XC 38

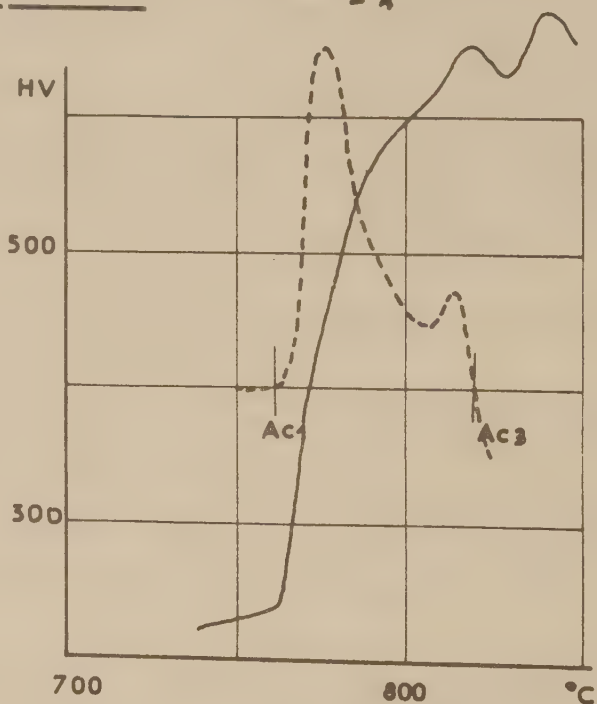


Fig 2,16-Isocinétique $\int_4^{700}$ -35 CD 4

2,312 - Les courbes isocinétiques Γ_v^θ et la composition chimique

Les éléments d'addition influent sur chaque étape du processus de l'austenitisation, qu'il s'agisse par exemple de la décomposition de la cémentite ou bien de la transformation allotropique proprement dite.

La dureté de la martensite est fonction de la teneur en carbone. Pour les aciers non alliés (Fig. 2,17) ou pour les aciers faiblement alliés d'une même famille (Fig. 2,18), la dureté maximale obtenue est une bonne indication de la teneur en carbone.

Le premier sommet des courbes isocinétiques Γ_v^θ vérifie la formule expérimentale :

$$HV = 1\,000 \left(1 - \frac{0,1}{C\ \%} \right) \times \alpha$$

où HV est la dureté en hectobars, C % le pourcentage en carbone et α un coefficient qui dépend du pouvoir de durcissement. Cette formule n'est plus valable pour les teneurs en carbone inférieures à 0,2 %.

Le coefficient α varie de 0,90 pour l'acier XC 38 à 1 pour l'acier XC 80. Pour les aciers faiblement alliés, on obtient les mêmes résultats :

$\alpha = 0,91$ pour l'acier 30 NC 11 et 0,93 pour l'acier 42 CD 4

Le chrome est un élément carburifère qui retarde la décomposition de la cémentite et par là-même, le début des transformations alors que le nickel gammagène favorise au contraire l'austenitisation.

Le décalage des courbes isocinétiques Γ_v^θ est extrêmement net si l'on compare par exemple les aciers 14 NC 11, XC 18 CD 4 (Fig. 2,19) ou 30 NC 11, XC 38, 35 CD 4 (Fig. 2,20).

Ces courbes sont particulièrement sélectives entre 750 et 790°C pour la première série, entre 740 et 760°C pour la deuxième série.

L'isocinétique Γ_v^θ peut donc servir de test simple et rapide pour classer les aciers de construction au point de vue composition chimique.

2,313 - Influence d'autres facteurs sur les courbes isocinétiques

Certains facteurs influent sur la forme des courbes isocinétiques. On peut, au moyen de prétraitements, influencer sur la stabilité de la cémentite ou même sur la stabilité des joints de grains. Parmi ces facteurs, nous avons retenu le facteur dimensionnel, l'état initial et le programme d'échauffement.

Du point de vue dimensions, lorsqu'on chauffe des échantillons de diamètre de 10 mm par rapport à des échantillons de diamètre 16 mm par exemple, l'inertie thermique est moindre et l'échantillon se trouve plus vite porté en température.

Ceci se traduit pour le 16 NC 6 (Fig. 2,24) par une légère extension de la première phase de l'austenitisation, 10°C environ et 80 degrés VICKERS. La troisième phase de l'austenitisation est nettement perturbée, par contre elle est plus lente et Ac_3 , pour le diamètre 10 mm, est augmenté de 20°C. La deuxième phase reste inchangée quant à l'étendue de son domaine de température et de son gain de dureté.

L'état initial est lui aussi un facteur important. Pour l'étudier, nous avons traité en isocinétique Γ_4^{700} , simultanément et dans le même four l'acier 35 CD 4 sous 4 états initiaux différents, à savoir :

- a - l'état adouci (Ad), 10 h à 650°C suivi d'un refroidissement lent.

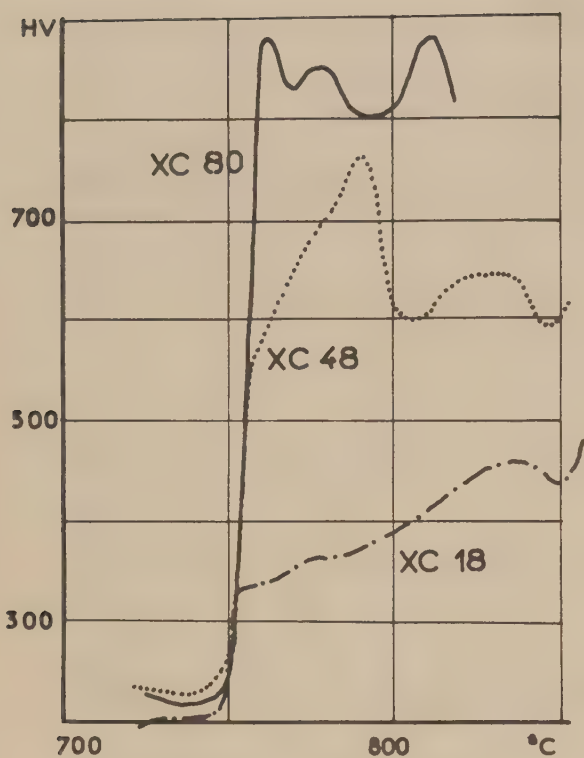


Fig 2,17- $\int_4^{700}$ - XC 18, XC 48, XC 80

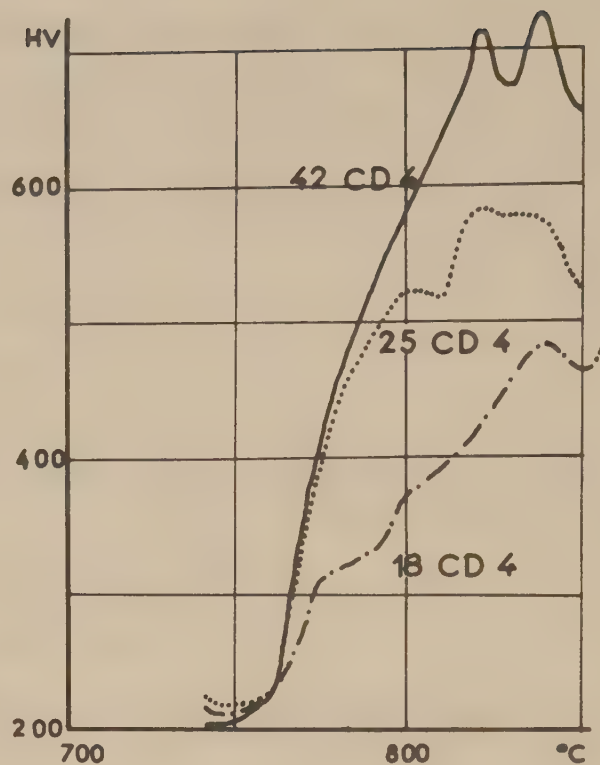


Fig 2,18- $\int_4^{700}$ - 18 CD 4, 25 CD 4, 42 CD 4

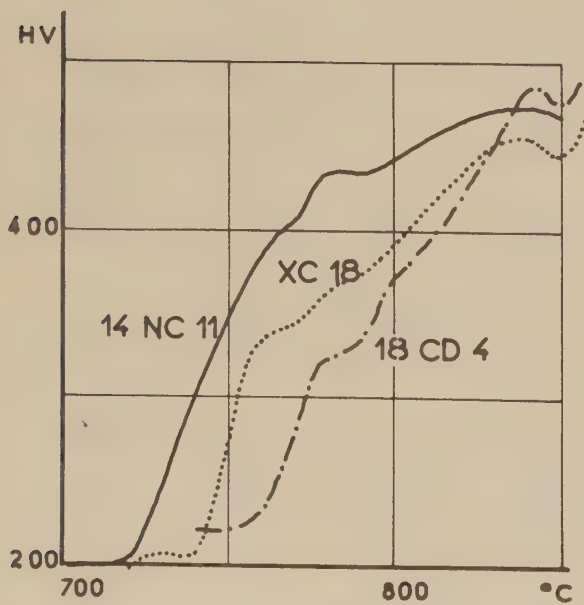


Fig 2,19- $\int_4^{700}$ - 14 NC 11, XC 18, 18 CD 4

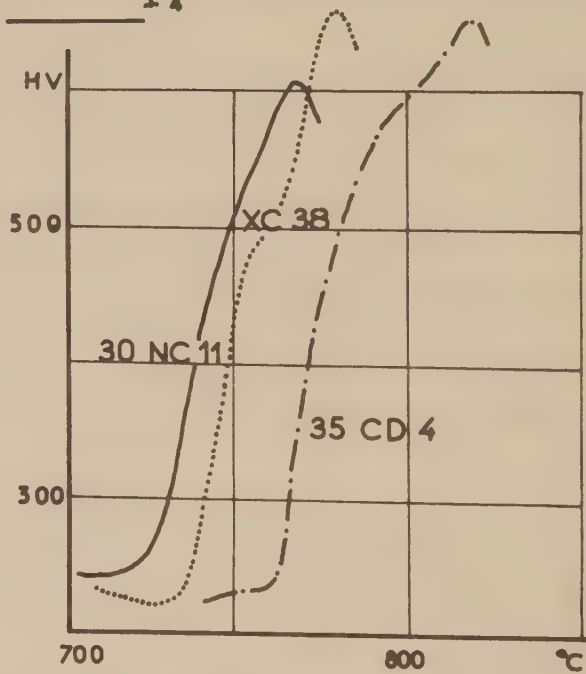


Fig 2,20- $\int_4^{700}$ - 30 NC 11, XC 38, 35 CD 4

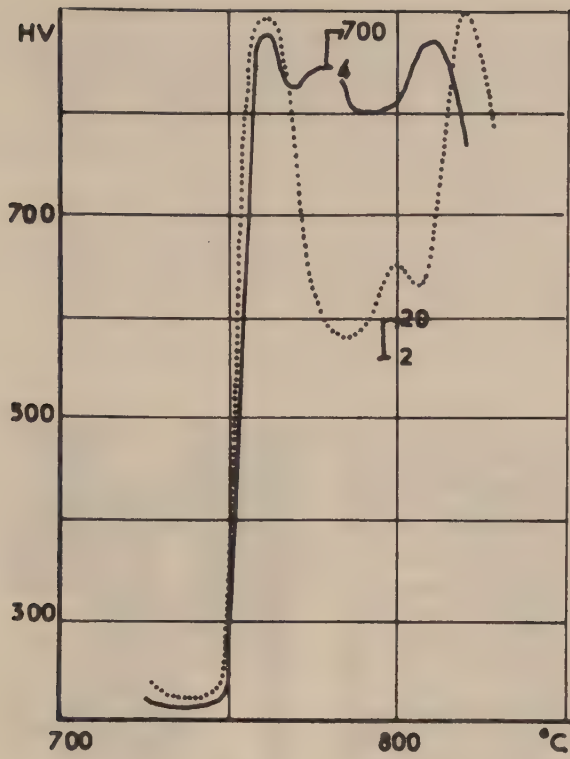


Fig 2,22 - $\int_v^0$ - XC 80

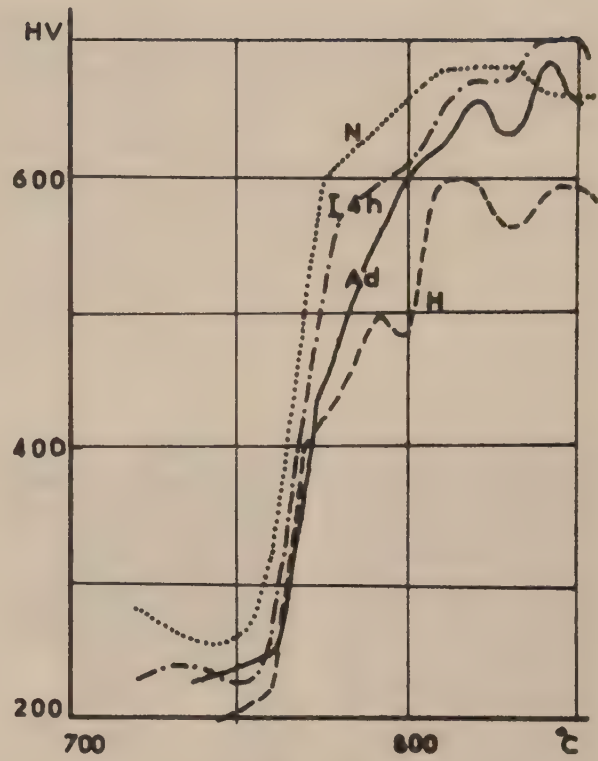


Fig 2,23 - $\int_4^{700}$ - 35 CD 4

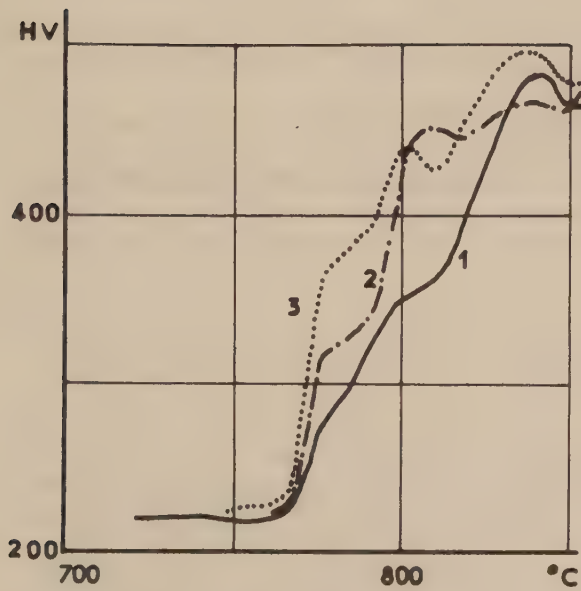


Fig 2,21 - $\int_v^0$ - 18 CD 4

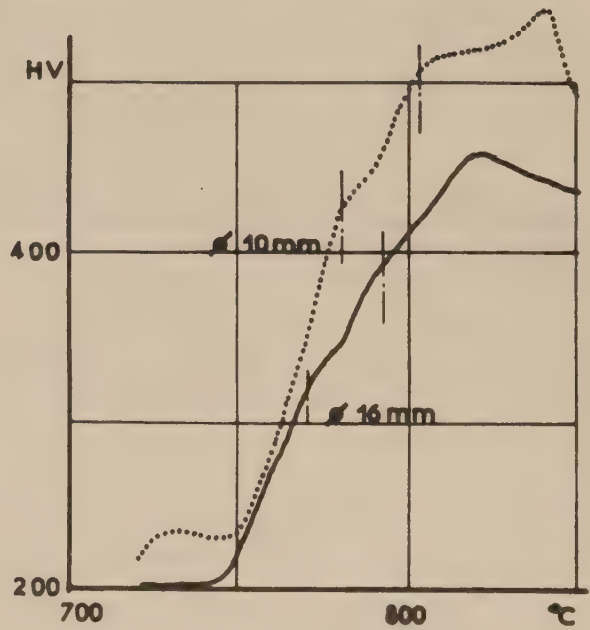
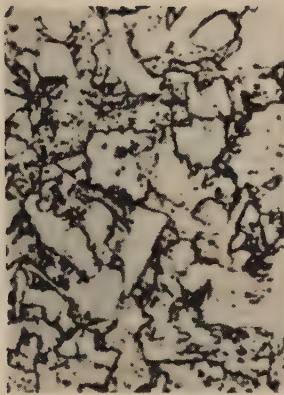
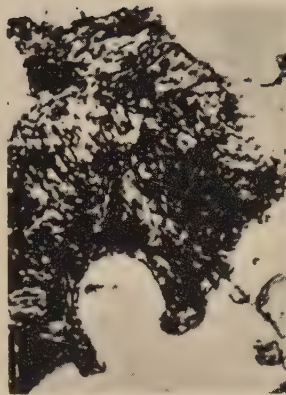


Fig 2,24 - $\int_4^{700}$ - 16 NC 6

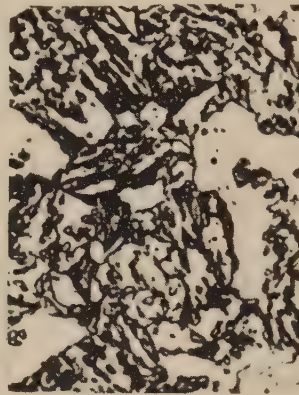
- b - l'état homogénéisé (H), introduction à l'ambiante, $v = 180^{\circ}\text{C/h}$ jusqu'à 950°C maintien 15 mn et refroidissement au four porte fermée, sans prendre de précautions particulières contre la décarburation.
- c - l'état normalisé (N), introduction à 775°C , $v = 3,5^{\circ}\text{C/mn}$ jusqu'à 850°C maintien 30 mn et refroidissement à l'air calme.
- d - un recuit isotherme (I 4 h), introduction à 750°C , $v = 3^{\circ}\text{C/mn}$ jusqu'à 850°C , maintien 30 mn puis porté dans un bain de sel à 700°C et maintenu 4 h, arrêt par trempe à l'eau.



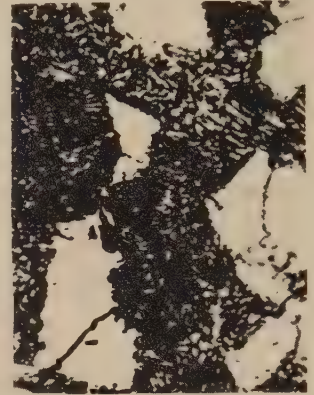
Mi 1
Etat adouci
(Ad)



Mi 2
Etat homogénéisé
(H)



Mi 3
Etat normalisé
(N)



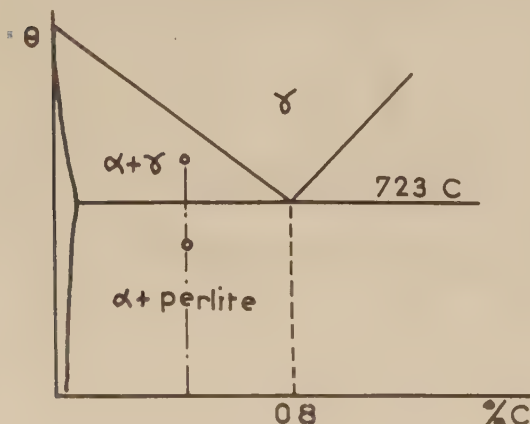
Mi 4
Recuit isotherme
(I 4 h)

35 CD 4 - $\sigma = 1\ 000$

La première phase de l'austenitisation qui concerne la décomposition de la cémentite et le début de la mise en solution du carbone, se développe plus rapidement pour l'état normalisé et le recuit isotherme que pour l'état adouci ou l'état homogénéisé.

Le chrome stabilise la cémentite et a tendance à s'y dissoudre préférentiellement d'après BACKER [42].

Ceci est parfaitement valable en dessous de Ac_1 , mais au-dessus de Ac_1 , le rôle alphasène du chrome deviendra prépondérant.



Donc, en vitesse de refroidissement relativement rapide comme dans le refroidissement à l'air, l'acier séjourne moins longtemps dans les zones de température juste en-dessous de Ac_1 où la diffusion serait suffisante pour augmenter le coefficient de partage du chrome en faveur de la cémentite. Au contraire, la cémentite sera plus fortement stabilisée en vitesse de refroidissement lente ; c'est, plus particulièrement, le cas du recuit d'adoucissement. (Fig. 2,23).

La deuxième phase qui concerne l'effet des joints de grains est relativement plus perturbée dans le cas du recuit isotherme et du recuit d'homogénéisation. En effet, le chrome contenu dans la ferrite avant maintien isotherme peut diffuser et venir renforcer les joints au cours du maintien à 700°C ; cette remarque est valable pour le recuit d'homogénéisation.

Dans le cas du recuit de normalisation, il semble que l'on passe directement de la première phase à la troisième phase de l'austenitisation, sans qu'il y ait perturbation due à l'effet des joints de grains non stabilisés, à cause de la vitesse de refroidissement rapide.

On remarquera enfin que le recuit d'homogénéisation entraîne une certaine décarburation et que la dureté maximale pour l'état homogénéisé est inférieure à celles des autres états initiaux.

On peut, par un programme d'échauffement approprié, modifier profondément l'état initial sans être obligé de passer par un prétraitement.

Pour l'acier XC 80, l'introduction à la température ambiante, suivie d'un échauffement à 2°C/mn et l'introduction à 700°C, suivie d'un échauffement à 4°C/mn, ne diffèrent que par la phase d'homogénéisation de l'austenite (Fig. 2,22). L'échauffement lent se traduit par une chute de dureté beaucoup plus importante dans ce domaine et les échantillons présentent des tapures sévères.

Les trois programmes d'échauffement de l'acier 18 CD 4 (Fig. 2,21) ont été :

- a - introduction à 700°C, puis $v = 4^\circ\text{C/mn}$,
- b - introduction à l'ambiante, puis $v = 2^\circ\text{C/mn}$
- c - préchauffe à 600°C pendant 2 h, introduction à 680°C, puis $v = 4^\circ\text{C/mn}$.

La première phase de l'austenitisation est spécialement développée par maintien préalable à 600°C.

A partir de A_{c3} , l'évolution des courbes est identique. Et le maximum de différence concerne surtout la deuxième phase de l'austenitisation qui semble plus complexe pour les aciers à bas carbone.

2,314 - Remarques sur l'essai isocinétique Γ_v^θ

Cet essai isocinétique Γ_v^θ est un essai dynamique de choix pour l'étude des transformations de phases à l'échauffement ; il est spécifique dans une certaine mesure de la composition chimique ou de l'état initial et permet la détermination des points de transformations fonction des conditions de l'expérience.

Par ailleurs, l'essai Γ_4^{700} donne une image correcte des trois étapes élémentaires de l'austenitisation : phase durcie, domaine intermédiaire et croissance normale de l'austenite.

2,32 - Essais isothermes

De même que l'essai isocinétique Γ_v^θ rappelle les courbes anisothermes au refroidissement, de même peut-on, de la même manière que les courbes T T T au refroidissement, construire des courbes isothermes à l'échauffement.

On peut choisir une température initiale qui peut être autre que l'ambiante et même faire varier le programme d'échauffement.

La technique la plus rapide est, à partir de l'ambiante, d'introduire directement dans le four régulant à la température choisie, une quantité d'échantillons correspondant aux temps de maintien 10 mn, 20 mn, 30 mn, 1 h, 2 h, 3 h par exemple, échantillons que l'on trempe dans une grande quantité d'eau salée.

Le temps de maintien est compté à partir de l'introduction des échantillons.

Une autre technique consiste à introduire les échantillons à 600°C et à monter en température à la vitesse de 4°C/mn jusqu'à la température choisie.

Le temps de maintien est alors compté à partir de la première régulation.

La principale difficulté pour la construction des isothermes, surtout pour les temps courts est de déterminer exactement l'origine des temps.

Dans la première technique, elle est essentiellement conditionnée par la mise en équilibre thermique des échantillons. L'idéal serait d'incorporer un couple par échantillon, mais pour traiter de grandes quantités d'échantillons, le problème technique devient difficilement réalisable.

On peut, très valablement, introduire en même temps que la charge, un couple thermo-électrique dont la gaine protectrice aura une inertie thermique équivalente à l'échantillon-type.

En fait, l'introduction d'une grande quantité d'échantillons (lors que l'on veut comparer les isothermes de plusieurs nuances ou allonger l'échelle des temps), perturbe l'équilibre thermique du four.

On notera une baisse de température plus ou moins importante et l'équilibre thermique du four ne sera acquis qu'au bout d'un certain temps (Fig. 2,28)

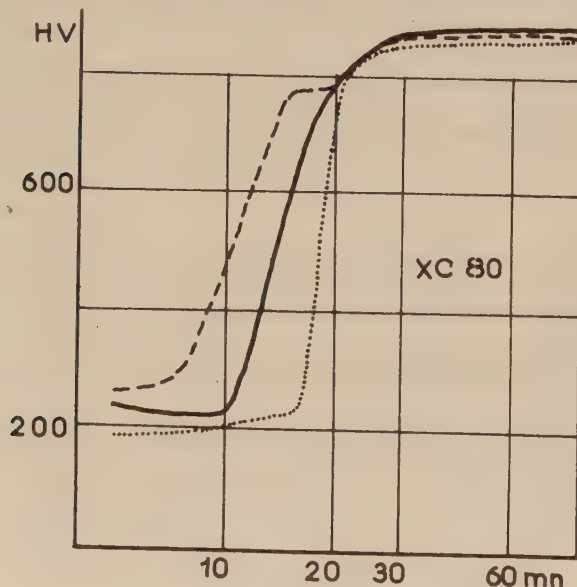
Quoiqu'il en soit, il faut toujours préciser les conditions d'échauffement utilisées pour la construction de courbes isothermes.

A une même température de 815°C, les isothermes en introduction directe ou avec chauffage lent à partir de 600°C de l'acier 15 CDV 6, ne sont guère comparables (Fig. 2,28).

2,321 - Détermination du temps de maintien

Les courbes isothermes permettent, pour des conditions de chauffage données, de déterminer avec précision le temps de maintien nécessaire pour obtenir une dureté voulue ou la fin de l'austenitisation.

L'acier XC 80, à 750°C, à partir de trois états initiaux différents, perlite lamellaire, perlite globulaire et sorbite, atteint une dureté maximale de 850 à 880 degrés VICKERS au bout de 30 mn exactement.



Comme le montre la figure ci-contre, le début de l'austenitisation est beaucoup plus rapide pour une cémentite finement dispersée comme la sorbite, que pour une perlite globulaire dont la durée d'incubation est plus élevée.

Les trois courbes se regroupent au bout de 20 mn et la fin de l'austenitisation à 750°C est effective au bout de 30 mn ; ce temps est valable pour des échantillons de 15 mm de diamètre.

..... perlite globulaire
——— perlite lamellaire
----- sorbite

2,322 - Isothermes à double palier

Ces isothermes impliquent très généralement que la transformation s'effectue sous l'effet de deux réactions dont les temps d'incubation sont différents.

On les rencontre surtout avec les aciers à bas ou moyen carbone à des températures inférieures à Ac_3 .

C'est le cas de l'isotherme 815°C de l'acier 15 CDV 6, introduction à 600°C . (Fig. 2,29). C'est le cas des isothermes 760 et 770°C de l'acier XC 48, introduction directe (Fig. 2,25).

Shigeo OWAKU [43] a obtenu aussi des courbes isothermes à deux paliers en étudiant l'austenitisation à vitesse d'échauffement très rapide, d'aciers à 0,2, 0,4 et 0,7 % de carbone à partir de trois états initiaux différents. Ces courbes à deux paliers n'existent que pour les bas ou moyen pourcentage en carbone, pour des températures relativement basses et pour certaines structures initiales:

0,20 % de carbone	état normalisé	780°C
	état homogénéisé	780°C
	état globularisé	780°C (moins nettement)

0,4 % de carbone	état normalisé	760°C et 800°C
	état homogénéisé	760°C et 800°C

Ce phénomène n'existe pas pour l'acier à 0,7 % de carbone.

On peut donc penser que ces courbes à deux paliers sont liées à l'évolution différente des deux familles ferritiques et perlitique qui constituent la structure initiale des aciers à bas ou moyen carbone.

Les sites possibles de germination de l'austenite seraient de deux types :

- a - les atomes de carbone provenant de la décomposition de la cémentite, ou l'interface ferrite-cémentite,
- b - les joints des grains activés par les plaques d'austenite formée initialement.

2,323 - Isothermes en introduction directe

On introduit directement dans un bain régulant à la température choisie 7 échantillons d'une même nuance que l'on trempe à l'eau salée après des temps de maintien variant de 7 mn à 3 h.

Le temps de maintien a été compté à partir de l'introduction de la charge.

Compte tenu des restrictions précédentes sur la mise en équilibre thermique du four et de la charge, les résultats concernant l'acier XC 48 et l'acier 35 NC 6 sont résumés sur les figures 2,25 et 2,26. Les profils de ces isothermes ne sont pas exactement les mêmes.

L'acier XC 48, à partir de 740°C , subit une augmentation brutale de dureté au cours des 20 premières minutes suivie au bout d'un temps variable d'une légère baisse de dureté, très nette cependant.

Les courbes, ensuite, se mettent en palier pour 740 et 750°C

Ce phénomène sera développé au Chapitre IV dans la section qui traitera de l'amélioration de la trempabilité.

A partir de 780°C , la chute de dureté devient relativement importante au bout de 1 h. Mais à 800°C , la dureté remonte au bout de 2 h de maintien.

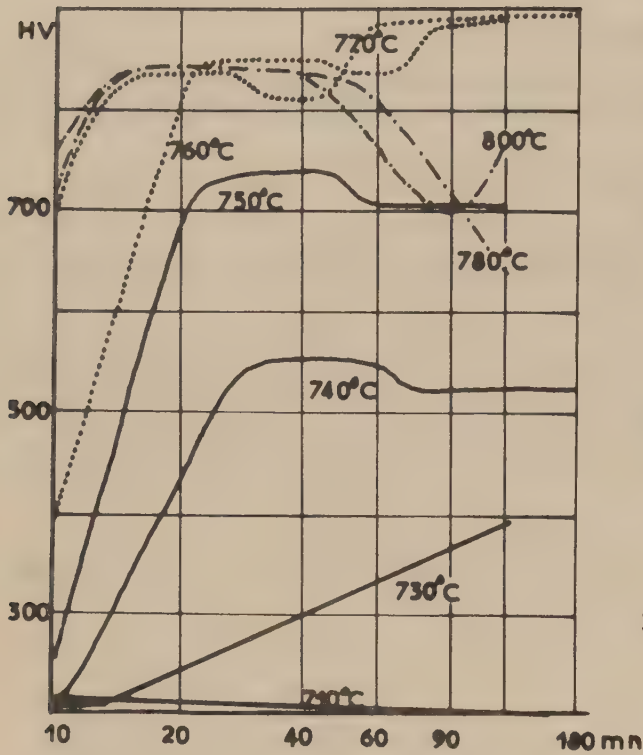


Fig 2,25 - Isothermes XC 48

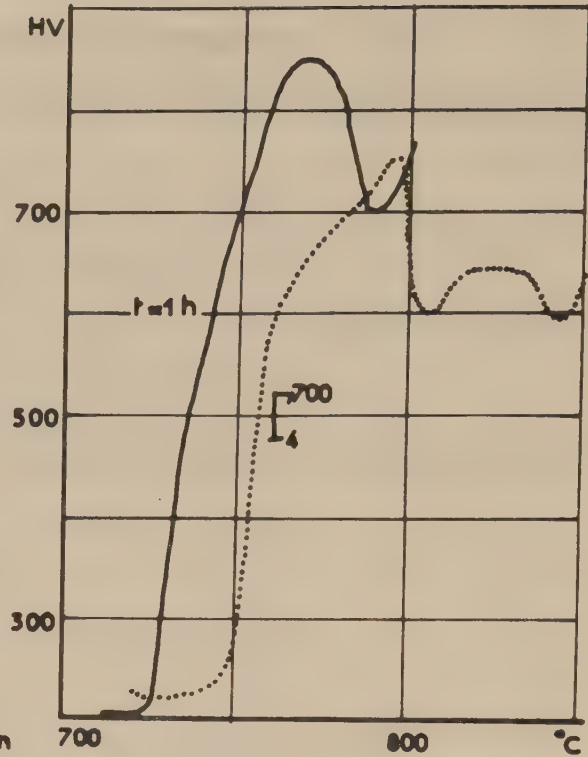


Fig 2,27 - $\left[\frac{700}{4} \right]$ et isochrone, XC 48

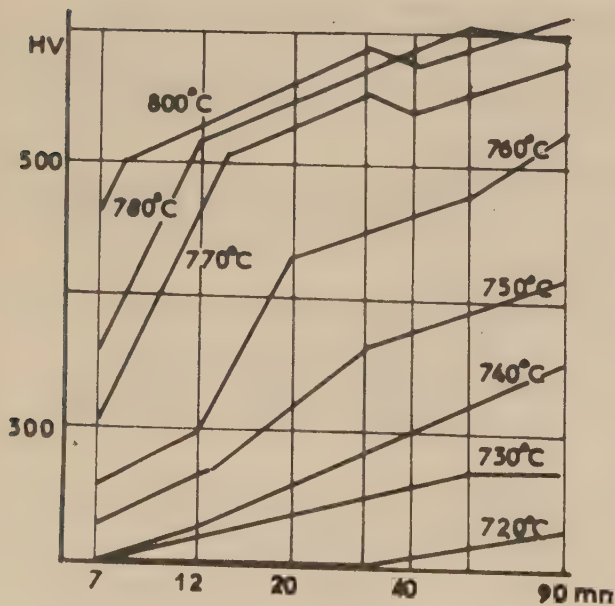


Fig 2,26 - Isothermes 35 NC 6

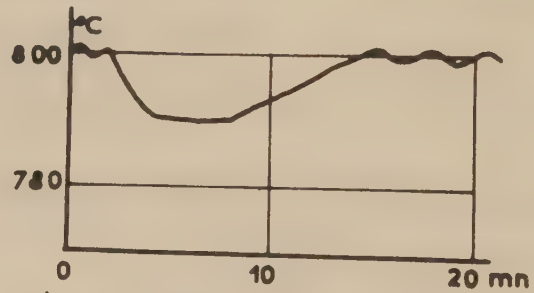


Fig 2,28 - Mise en équilibre thermique

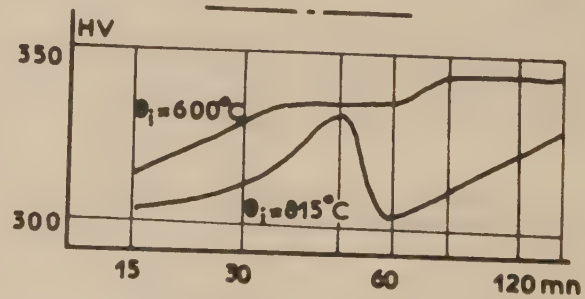


Fig 2,29 - Isothermes 815°C, 15 CDV 6

Comme on le voit, l'analyse de ces isothermes peut se révéler extrêmement complexe. L'austenitisation est certes un phénomène de germination et croissance, mais ce phénomène peut être perturbé par d'autres réactions.

Le brusque accroissement de dureté correspond à l'apparition de la "phase austenitique durcie" de SADOVSKII [24], mais on peut émettre l'hypothèse que la formation de cette "phase durcie" s'effectue avec une augmentation de la densité des dislocations.

Au bout d'un certain temps, le réarrangement de ces dislocations en parois serait la cause de la baisse de dureté.

Nous développerons cette hypothèse d'une manière plus approfondie dans le chapitre III.

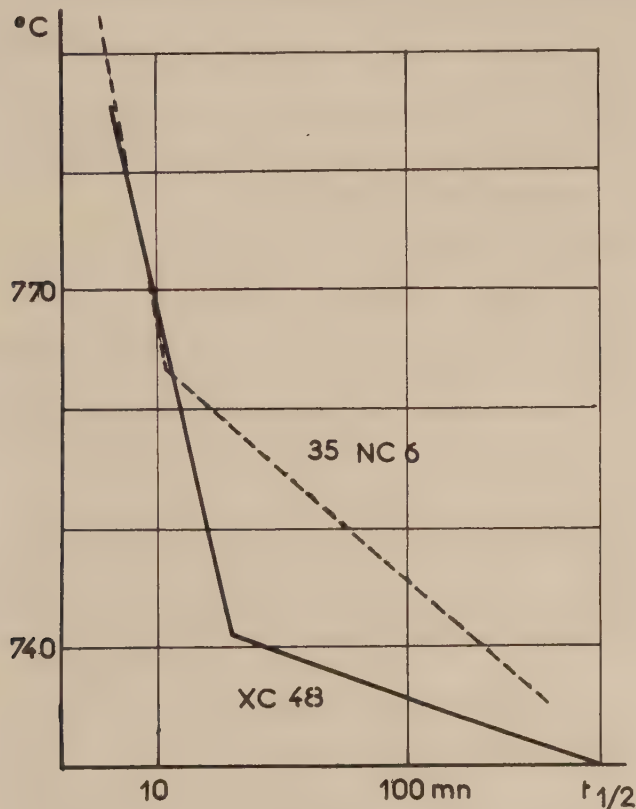
L'acier 35 NC 6 présente des isothermes relativement plus simples.

L'allure nettement sigmoïdale des isothermes jusqu'à 760°C indique que l'austenitisation est un phénomène de germination et croissance à partir des joints de grains, alors que pour l'acier XC 48, les sites préférentiels d'activation semblent avoir été les interfaces ferrite-cémentite.

Mais à partir de 770°C, on retrouve l'abaissement de dureté correspondant à l'évolution ultérieure de la "phase durcie".

Il faut noter que les états initiaux des aciers XC 48 et 35 NC 6 étaient différents : état normalisé à grains fins pour l'acier XC 48, état adouci pour l'acier 35 NC 6.

Il est intéressant de comparer le temps de demi-réaction en fonction de la température des deux aciers.



Arbitrairement peut être, ce temps de demi-réaction est pris lorsque l'acier atteint la dureté moyenne entre les duretés minimale (état recuit) et maximale (état trempé).

On peut remarquer que ces courbes $\theta = f(\lg t \frac{1}{2})$ sont formées de deux droites de pentes différentes qui se coupent à une certaine température critique : 745°C pour l'acier XC 48 et 765°C pour l'acier 35 NC 6. Cette température critique correspond assez bien à la température critique des isocinétiques correspondant au changement de pente, et à l'annulation de la dérivée seconde $\frac{d^2 HV}{d\theta^2}$ (voir § 3,311)

Au-dessus de cette température critique, on observe le phénomène de la "phase durcie".

L'analogie entre le profil de l'isocinétique Γ_4 et le profil de l'isochrone déduite des isothermes pour des temps de 1 h par exemple, est très bonne (Fig. 2,27).

Le décalage de la température est de l'ordre de 20°C environ.

Fig. 2,29bis - Courbes $\theta = f(\lg t \frac{1}{2})$

2,324 - Remarques sur les courbes isothermes

Les essais isothermes sont des essais beaucoup plus longs que l'essai isocinétique. La principale difficulté de leur tracé, réside dans la détermination de l'origine des temps. Leur interprétation reste très délicate, mais ces courbes restent encore une des meilleures méthodes pour approfondir la cinétique d'une réaction.

Nous pouvons déjà noter en ce qui concerne l'austenitisation :

- 1 - La germination de l'austenite peut s'effectuer à partir de sites différents, interface ferrite-cémentite ou joints des grains.
- 2 - En vitesse d'échauffement rapide, il y a apparition d'une "phase austenitique durcie" qui peut évoluer avec le temps, en maintien isotherme.
- 3 - Cette "phase durcie" n'apparaît qu'au dessus d'une certaine température critique comprise entre A_{c1} et A_{c3} . Cette température correspond au changement de pente de l'isocinétique Γ_v .
- 4 - Il y a une certaine corrélation entre les isocinétiques Γ_v et les isochrones déduites des courbes isothermes à l'échauffement.

2,33 - Les courbes isosclères

Les courbes isosclères ou courbes d'égale dureté, sont un autre mode de représentation des courbes isothermes à l'échauffement. Elles représentent les courbes d'égale dureté dans un diagramme température-logarithme du temps.

Dans une étude antérieure [7], nous avons signalé l'existence d'une corrélation entre la dureté VICKERS et l'énergie libre d'un système.

L'expression de l'enthalpie libre d'un système peut s'écrire :

$$G = H - TS$$

H étant l'enthalpie de formation $H = U + pV$.

La variation d'énergie libre du système en découle :

$$\Delta G = \Delta U + p\Delta V + V\Delta p - T\Delta S - S\Delta T$$

Dans l'essai de dureté, le facteur Δp semble être prépondérant et en première approximation

$$\Delta G \approx k\Delta p,$$

expression que l'on peut rapprocher de la formule classique de l'essai VICKERS

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} = k_1 [P]$$

Par exemple, d'après ROSS [4], les duretés VICKERS à l'ambiante des bérylliures de niobium, de tantale et de zirconium sont proportionnelles à la chaleur de formation calculée.

D'autre part, il existe une formule reliant le temps et la température :

$$Q = RT (\ln A + k_1 + \ln t) \quad (1)$$

où Q est l'énergie d'activation du système, c'est-à-dire d'après A.H. COTTRELL [45], l'énergie additionnelle minimale qu'il faut fournir aux atomes pour leur permettre de participer à la réaction.

Donc, si le développement de la réaction d'austenitisation entraîne un certain accroissement de dureté, on peut penser que l'énergie d'activation est reliée d'une certaine manière à cette dureté.

A partir de la formule (1), on peut, en choisissant un système de référence approprié, écrire :

$$HV = K \theta \times \lg t \quad (2)$$

Les courbes isosclères, dans le cas d'une réaction se développant normalement, devraient avoir une allure hyperbolique.

C'est ce que l'on peut remarquer sur les isosclères de l'acier 35 NC 6 en introduction directe (Fig. 2,31).

Si la transformation est perturbée par des réactions concomitantes, les isosclères seront perturbées de la même manière.

Le phénomène de la p.a.d (phase austenitique durcie de SADOVSKII) se traduit par une anomalie dans les courbes à allure hyperbolique de l'acier XC 48 (Fig. 2,30).

L'anomalie due aux courbes isothermes à double palier est très nettement mise en évidence entre 760 et 770°C sur ces courbes isosclères.

Mais si ces courbes isosclères présentent un certain intérêt théorique, les courbes isothermes à l'échauffement, réduites aux zones de transformation suffisent généralement pour rendre compte de la cinétique d'une réaction.

2,34 - Histogrammes de microdureté

La microdureté était probablement, avant la mise au point de la microsonde de CASTAING, la seule méthode permettant l'analyse ponctuelle d'un mélange de phases.

Lorsque la finesse du grain est très grande ou le mélange de phases pratiquement irrésoluble au grossissement des appareils de microdureté, la méthode histogrammique permet dans une certaine mesure d'effectuer l'analyse par microdureté

On effectue un grand nombre de mesures, cent par exemple, sur le même échantillon et sous une charge appropriée et l'on trace les courbes de fréquence (même dureté) en fonction de la dureté.

L'intervalle de dureté est choisi en fonction de la dispersion des mesures.

Parallèlement aux essais de dureté effectués sur l'acier 18 CD 4 ayant subi différents programmes d'échauffement (cf. § 2,313 et Fig. 2,21), nous avons tracé les histogrammes des deux séries d'échantillons correspondant aux deux premiers traitements. Les résultats sont résumés sur les figures 2,32 et 2,33.

Dans le cas du premier traitement, introduction à 700°C et $v = 4^\circ\text{C}/\text{mn}$, l'austenitisation commence à 780-790°C par l'apparition de la phase austenitique durcie. A 800°C et 810°C, les histogrammes présentent une très grande dispersion. C'est l'indice, généralement, d'une perturbation affectant les joints de grains. Dès 820°C, l'acier 18 CD 4 redevient homogène et durcit normalement par un processus régulier de croissance de la phase austenitique jusqu'à 860°C. Il faut toutefois noter une anomalie à 850°C, qui correspond au franchissement du point de transformation Ac_3 .

Dans le cas du deuxième traitement, introduction à l'ambiante et $v = 2^\circ\text{C}/\text{mn}$, dès 790°C, l'effet perturbateur des joints de grain influe sur l'histogramme.

A 800°C, l'homogénéisation est légèrement plus satisfaisante que dans le cas précédent, mais lorsque la température s'élève, il y a une régression de dureté très nette que l'on peut attribuer à un phénomène de régénération de la ferri-

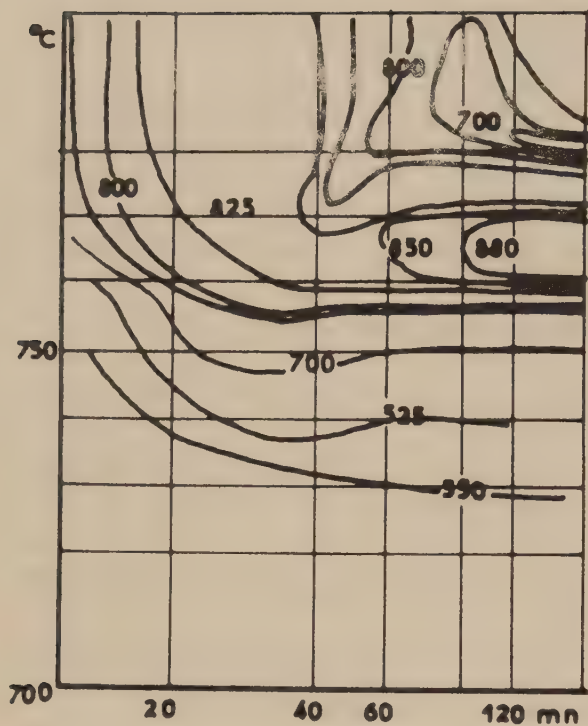


Fig 2,30 - Isosclères XC 48

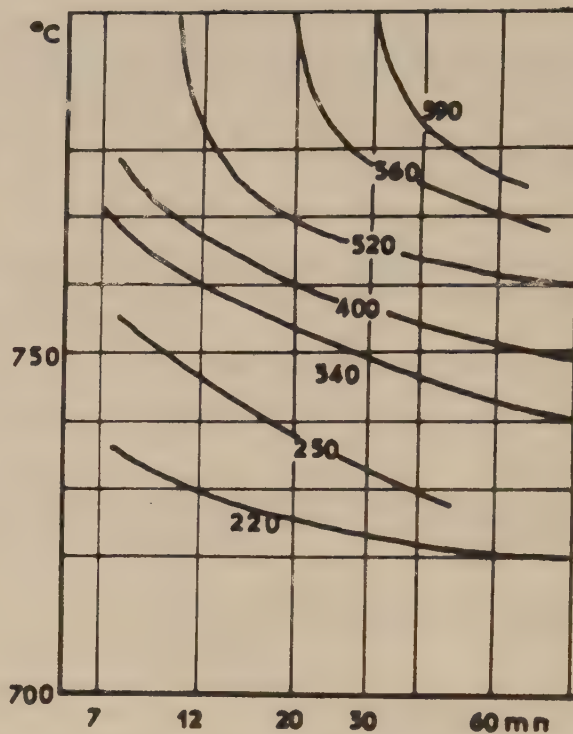


Fig 2,31 - Isosclères 35 NC 6

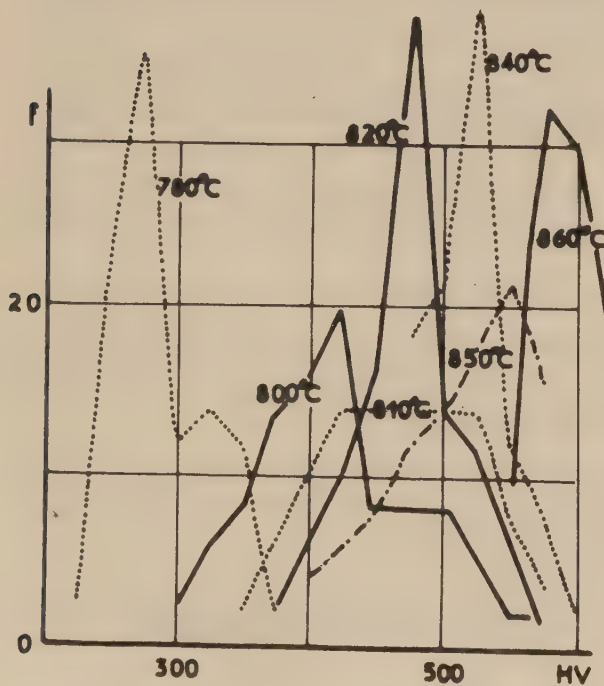


Fig 2,32 - Histogrammes $\int_4^{700} - 18 \text{ CD } 4$

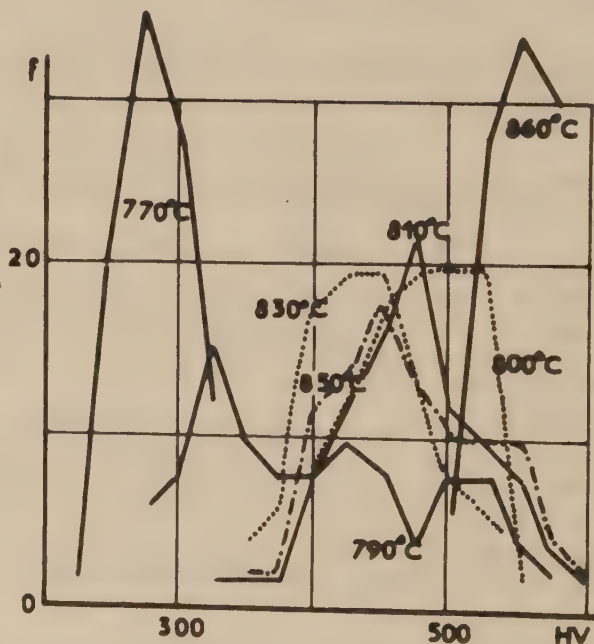
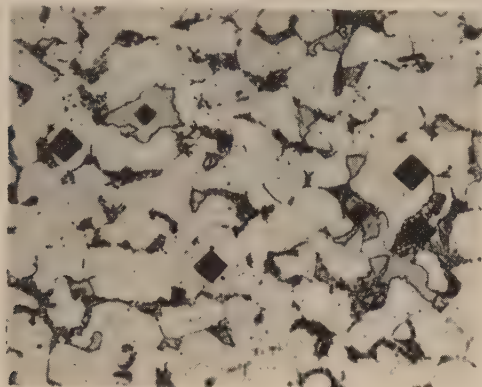


Fig 2,33 - Histogrammes $\int_2^{20} - 18 \text{ CD } 4$

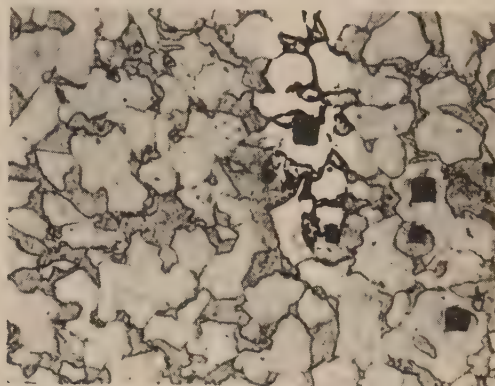
te qui se fait sentir jusqu'à 830°C. A 860°C, le profil histogrammique est le même que dans le cas précédent.

Il semble donc que l'activation des interfaces ferrite-cémentite soit plus rapide que l'activation des joints ; la germination de l'austénite à partir des joints entraîne la formation d'un liseré très pauvre en carbone, autour des plages de ferrite résiduelle. Et comme le carbone diffuse en volume 100 fois moins vite dans l'austénite que dans la ferrite à température égale, la formation de ce liseré serait responsable du ralentissement de la transformation α - γ .



Mi 5 - XC 18 - iso Γ_4^{700} - 740°C

g x 450



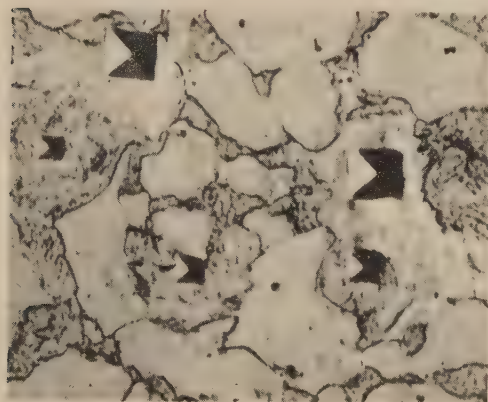
Mi 6 - XC 18 - iso Γ_4^{700} - 750°C

g x 450

Les résultats obtenus sur l'acier XC 18 sont très comparables. Les phénomènes sont décalés d'une trentaine de degrés CELSIUS vers les basses températures.

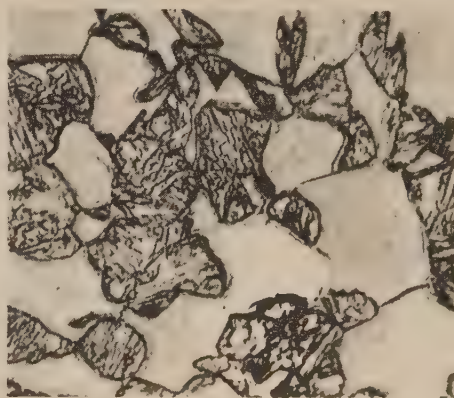
En microdureté, l'apparition de la p.a.d. est plus nettement décelable qu'en dureté normale, comme le montre les micrographies 5 et 6. Les empreintes de microdureté ont été effectuées sous une même charge de 15 cN.

La dureté de la p.a.d. est environ quatre fois celle des plages de ferrite non transformée.



Mi 7 - XC 18 - iso Γ_4^{700} - 750°C

g x 1 000



Mi 8 - XC 18 - iso Γ_2^{20} - 790°C

g x 1 000

A 750°C, entre les plages de p.a.d. et les plages de ferrite, l'interface n'est pas nettement délimitée (Mi 7). A 800°C par contre, l'activation de joints a eu lieu et on peut remarquer sur la micrographie 8 une sorte de double joint continu qui entoure les plages transformées, d'une part, et les grains de ferrite non transformée, d'autre part.

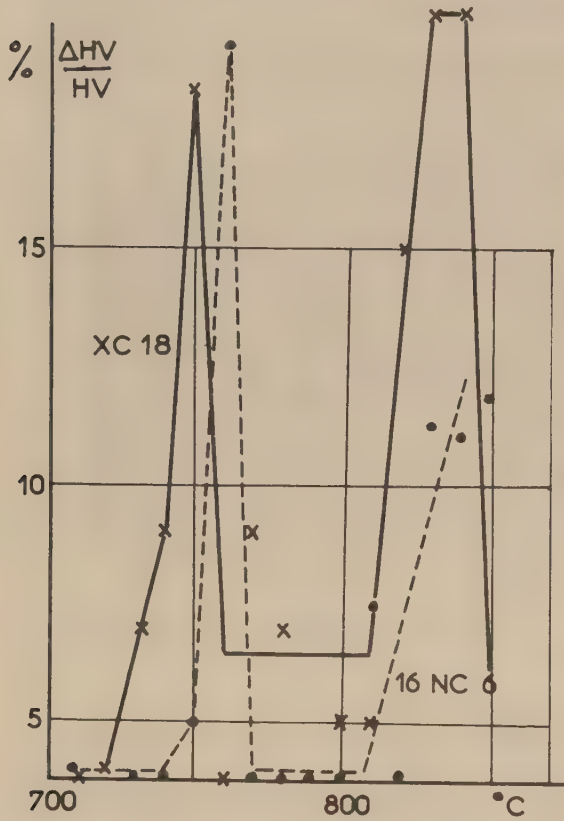


Fig 2,34 - Courbes de dispersion

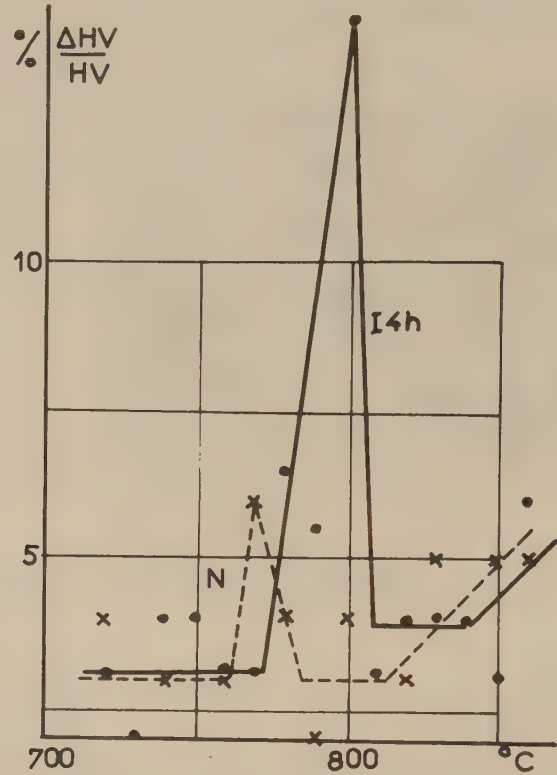


Fig 2,35 - Courbes de dispersion - 35 CD 4

Les histogrammes, par ailleurs, corroborent bien les calculs que l'on peut effectuer sur la dispersion des mesures de dureté. La dispersion maximale correspond très généralement à une perturbation qui affecte les joints de grain. Ce maximum correspondra donc au changement de pente des isocinétiques Γ_v et à l'étalement des courbes histogrammiques.

Les températures 750°C et 760°C pour les aciers XC 18 et 16 NC 6 correspondent bien au changement de pente des isocinétiques Γ_4 correspondantes (Fig. 2,34 et Cf. Fig. 2,13 et 2,17).

L'état initial influe d'une manière très nette sur les zones perturbées (Cf. § 2,313).

La dispersion est beaucoup moins accentuée sur l'acier 35 CD 4 normalisé que sur le même acier ayant subi un recuit isotherme de 4 h à 700°C (Fig. 2,35 et Cf. Fig. 2,23).

2,4 - ANALYSE MICROGRAPHIQUE -

Actuellement à notre connaissance, il n'existe pas de classification systématique des structures des aciers obtenues à l'échauffement dans le domaine du diagramme fer-cémentite, si l'on excepte l'étude déjà citée de NEHRENBURG [4] et six micrographies du "De Ferri Metallographia [48]".

Pour notre part, nous avons surtout utilisé le polissage mécanique sur disques abrasifs, sous eau, pour éviter tout échauffement, avec finition sur feutre imbibé d'une suspension d'alumine calcinée.

Le réactif d'attaque classique a été le nital 4 % (4 % d'acide nitrique concentré dans de l'alcool éthylique).

Les structures de trempe sont généralement extrêmement fines et difficilement résolubles. Les observations ont été effectuées sur le grand banc métallographique REICHERT type Me F et le grossissement le plus fréquemment utilisé a été le grossissement 1 000 (objectif 65, projectif 8, tirage 425).

Certaines observations ont été faites en lumière normale, d'autres en lumière oblique (les micrographies prises en lumière oblique sont affectées du signe * placé après le grossissement).

Nous avons utilisé dans certains cas, l'observation en contraste de phase et pour quelques points plus particuliers le microscope électronique.

2,41 - Essai de classification des structures obtenues par trempe à partir du domaine α - γ .

Cet essai n'a pu être entrepris qu'après l'observation répétée et systématique de plus de 2 000 échantillons d'aciers de construction, traités en isothermes à l'échauffement ou en isocinétique Γ v.

Les structures obtenues sont très diverses, mais quelle que soit la nuance de l'acier étudié, on retrouve certains caractères analogiques au début, au milieu ou en fin d'austenitisation.

2,411 - Structures initiales

Le recuit d'adoucissement est caractérisé par une fine dispersion de la cémentite répartie dans certains grains pour les aciers à bas carbone et d'une manière plus homogène, lorsque le pourcentage en carbone dépasse 0,3 %.

La texture est généralement équiaxe et le joint bien défini pour les aciers au chrome-molybdène (Mi 9).

Pour les aciers au nickel-chrome, la texture du grain est plus allongée et le joint moins net (Mi 10).

Les aciers non alliés, puis normalisés, peuvent avoir un indice de grosseur de grain plus faible que les aciers forgés et normalisés (Mi 11 et Mi 12). La perlite est fine, mais nettement résoluble.

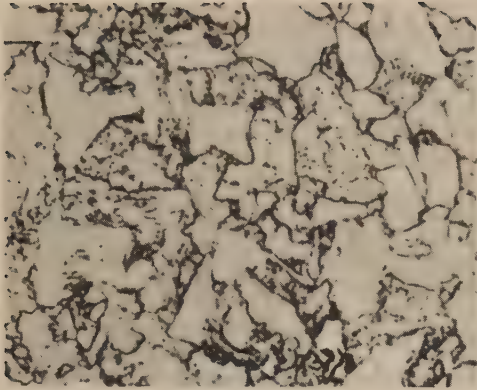
L'acier XC 80 globularisé présente une dispersion fine de globules de cémentite eutectoïde dans une matrice ferritique. On peut noter quelques lamelles de cémentite non globularisée (Mi 13).

2,412 - "La phase austénitique durcie"

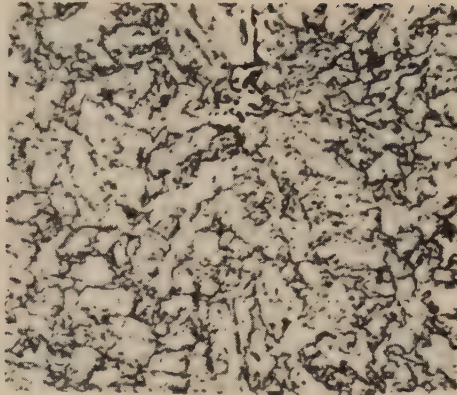
Cette phase est tout d'abord extrêmement dure, comme nous l'avons signalé dans le paragraphe concernant la microdureté. En prolongeant la durée d'immersion dans le nital 4 %, elle se teinte très légèrement. Elle n'apparaît que dans les plages initialement perlitiques (Mi 15 et Mi 18) et sa croissance est limitée par les joints de la structure initiale (Mi 14 et Mi 16).

La texture de cette phase durcie est équiaxe lorsque les grains perlitiques initiaux sont équiaxes, mais elle peut présenter un caractère aciculaire, lorsque l'hérédité austénitique n'a pas été complètement détruite, ce qui est fréquent pour les aciers au nickel-chrome (Mi 17 et Mi 19). Ceci recoupe parfaitement bien les observations de NEHRENBURG [4] sur l'influence de la structure initiale au début du phénomène d'austenitisation.

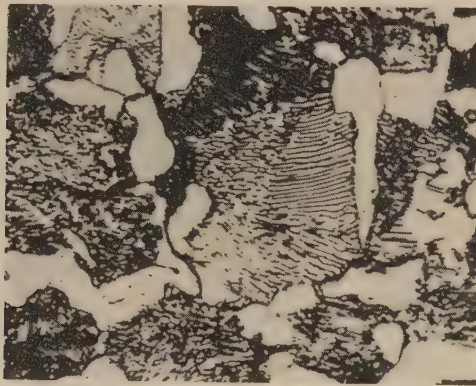
STRUCTURES INITIALES



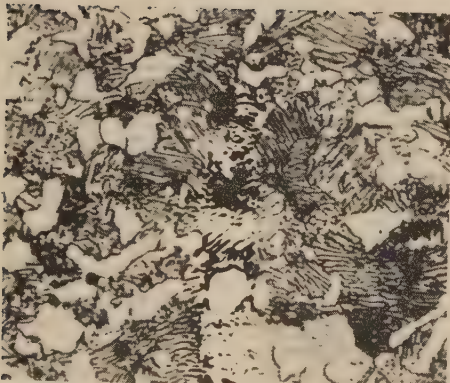
Mi 9 - g x 1 000 - 18 CD 4
Recuit d'adoucissement - HV = 200



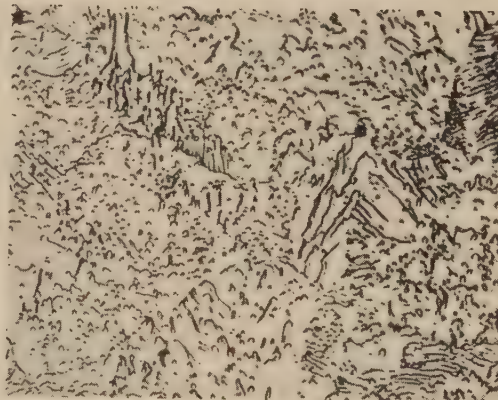
Mi 10 - g x 1 000 - 30 NC 11
Recuit d'adoucissement - HV = 200



Mi 11 - g x 1 000 - XC 48
Recuit de normalisation - HV = 200

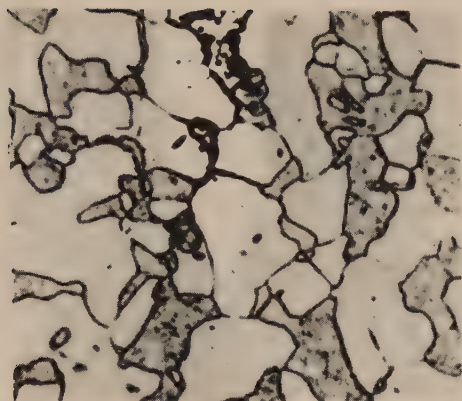


Mi 12 - g x 1 000 - C 70
forgé et normalisé - HV = 220

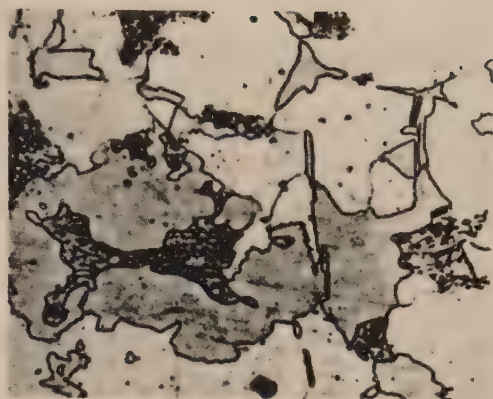


Mi 13 - g x 1 000 - XC 80
Recuit de globularisation HV = 190

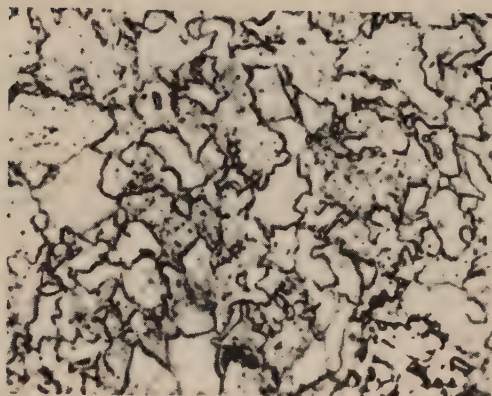
"PHASE AUSTENITIQUE DURCIE"



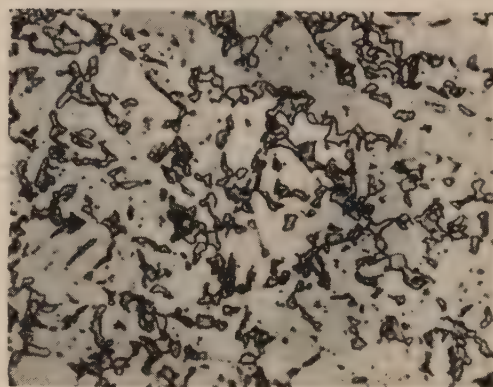
Mi 14 - g x 1 000 - XC 18 - TE
Isotherme - 730°C - 90 mn - HV = 275



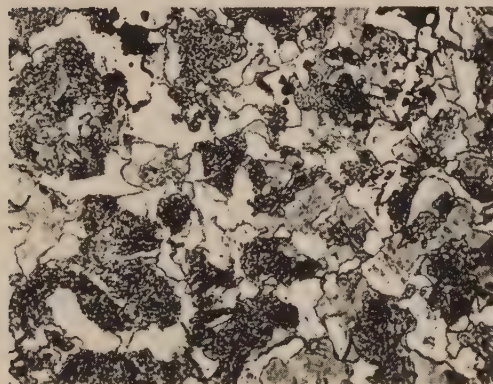
Mi 15 - g x 1 000 - 16 NC 6 - TE
Isotherme - 740°C - 30 mn - HV = 230



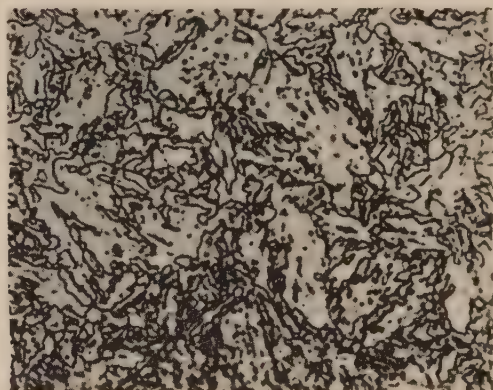
Mi 16 - g x 1 000 - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{700}^{770} - 770^{\circ}\text{C} - \text{HV} = 240$



Mi 17 - g x 1 000 - 14 NC 12 - TE
Isotherme - 740°C - 30 mn - HV = 225



Mi 18 - g x 400 - XC 48 - TE
Isotherme - 730°C - 30 mn - HV = 260



Mi 19 - g x 1 000 - 30 NC 11 - TE
Isotherme - 720°C - 90 mn - HV = 310

Mais cette première phase de l'austenitisation peut présenter des anomalies particulières.

Pour un acier à 0,1 % de carbone par exemple, la cémentite peut se décomposer avant Ac_1 et le carbone se met en solution dans les joints des grains. On observe un dédoublement du joint très géométrique (Mi 20). Les seuls sites possibles pour la germination de l'austenite sont ces joints qui prennent une forme arrondie et s'élargissent démesurément, lorsqu'on augmente la température. (Mi 21)

Pour des aciers plus chargés en carbone, comme l'acier XC 48, l'expansion de la phase durcie peut être très réduite lorsqu'on travaille à la limite de Ac_1 et on obtient finalement une dispersion très homogène de phase durcie dans une matrice ferritique qui confère à l'acier des caractéristiques mécaniques intéressantes (Mi 22).

Par contre, l'introduction directe à des températures comprises entre 760° et 800°C suivant le pourcentage en carbone provoque une véritable explosion de la "phase austenitique durcie" avec expansion très rapide provoquant une déformation très grande des anciens joints (Mi 23 à Mi 25).

Les structures observées sont très analogues à celles que l'on pourrait obtenir par déformation mécanique.

Ce phénomène a déjà été signalé par A. PORTEVIN [49] dans ses compte-rendus sur la création et la disparition des tensions internes par effets exclusivement thermiques.

On peut dire que l'introduction d'un acier dans ce domaine de températures correspond à un véritable choc thermique dont les effets ne disparaissent pas trop rapidement en fonction du temps.

Lorsqu'on élève la température, le choc thermique sera évidemment plus important, mais les effets de ce choc s'annihilent très rapidement et sont de ce fait beaucoup plus difficile à mettre en évidence.

2,413 - Evolution des phases ferritique et "austenitique durcie"

Pour KIDIN [24], une surchauffe de 20°C dans le domaine $\alpha - \gamma$ serait suffisante pour obtenir théoriquement un morcellement du grain ferritique en domaines de l'ordre du micron.

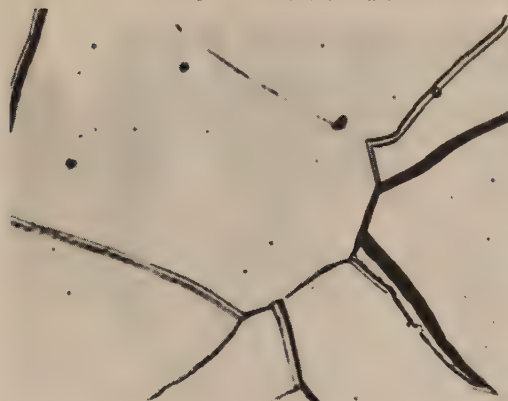
Le chauffage rapide d'un acier XC 18 (diamètre 10 mm), permet l'observation d'une sous-texture extrêmement fine de la ferrite où les sous-grains sont de l'ordre du micron. Cette sous-texture en écume ou sous-texture mosaïque s'attaque très rapidement au nital 4 % et la p.a.d. reste de ce fait inattaquée (Mi 33). Elle est dénommée "Veining" par certains auteurs.

Lorsque la température s'élève, l'agitation thermique croît et le "Veining" disparaît plus ou moins rapidement. Le grain ferritique est repénéré.

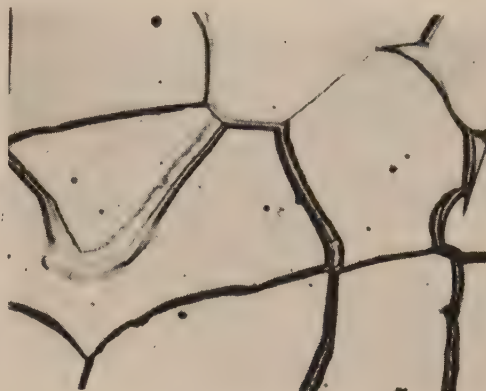
Cette évolution est extrêmement nette, lorsqu'on compare les micrographies 24, 30, 31 et 32. Ce phénomène s'accompagne d'une diminution de dureté non moins caractéristique.

Si "la phase austenitique durcie", comme le pense SOKOLOV [23], est métastable, il n'est pas étonnant que cette phase soit le siège de transformations ultérieures. Les contraintes développées par la mise en solution du carbone provenant de la décomposition de la cémentite sont résorbées lentement et la "phase durcie" est le siège d'une véritable restauration qui se concrétise par l'apparition d'une structure microcellulaire. Cette évolution peut être observée sur les micrographies Mi 33, Mi 34 et Mi 35 où l'on passe d'une p.a.d. inattaquée à une p.a.d. présentant un certain relief discret et légèrement colorée par l'attaque, et enfin, à une structure microcellulaire. Ce phénomène s'accompagne aussi d'une certaine baisse de dureté.

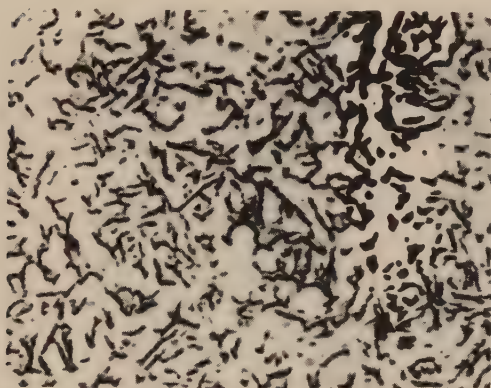
ASPECTS PARTICULIERS DE LA PREMIERE PHASE DE L'AUSTENITISATION



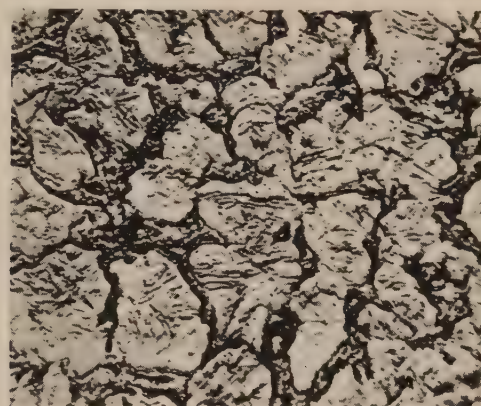
Mi 20 - g x 800 - XC 10 - TE
Isotherme - 720°C - 1 h - HV = 180



Mi 21 - g x 800 - XC 10 - TE
Isotherme - 740°C - 1 h - HV = 130



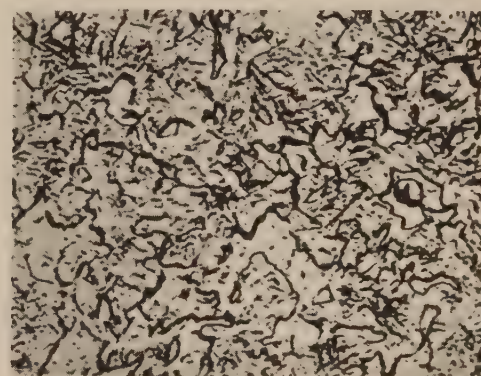
Mi 22 - g x 1 000 * XC 48 - TE
Isotherme - 720°C - 2 h - HV = 420



Mi 23 - g x 1 000 - * XC 38 - TE
Isotherme - 750°C - 40 mn - HV = 460

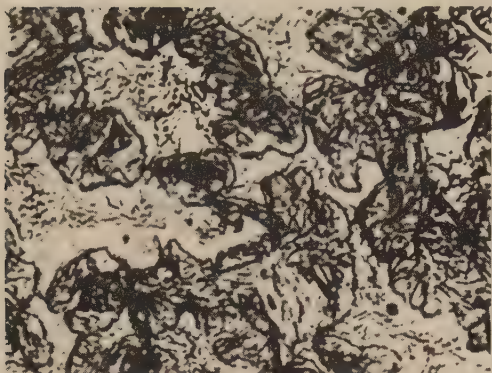


Mi 24 - g x 1 000 * - XC 18 - TE
Isotherme - 790°C - 20 mn - HV = 370



Mi 25 - g x 1 000 * - 25 CD 4 - TE
Isotherme - 770°C - 2 h - HV = 430

EVOLUTION DES PHASES FERRITIQUE ET "AUSTENITIQUE DURCIE"



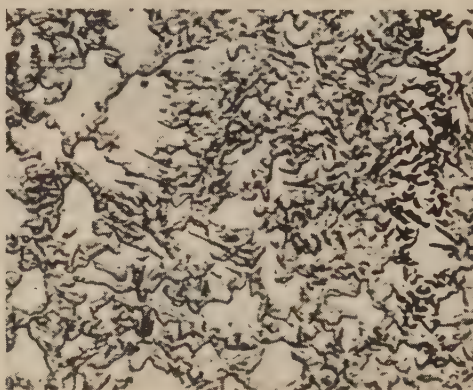
Mi 30 - g x 1 000 $\times$ XC 18
Isocinétique $\begin{matrix} 700 \\ 4 \end{matrix}$ - 810°C - HV = 350



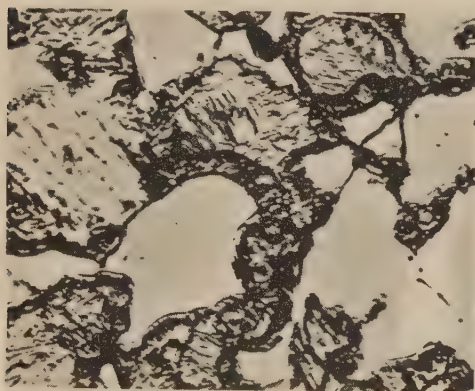
Mi 33 - g x 1 000 $\times$ XC 18
Isocinétique $\begin{matrix} 700 \\ 4 \end{matrix}$ - 750°C - HV = 280



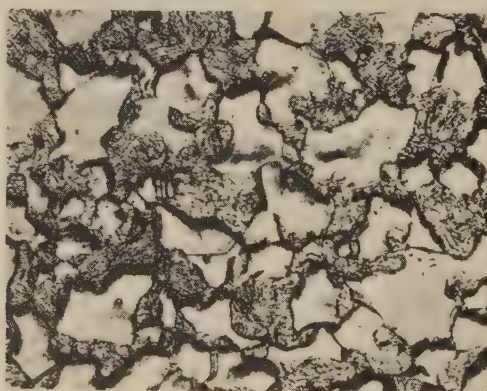
Mi 31 - g x 1 000 $\times$ XC 18
Isotherme - 780°C - 40 mn - HV = 340



Mi 34 - g x 1 000 $\times$ 14 NC 12
Isotherme - 730°C - 90 mn - HV = 320



Mi 32 - g x 1 000 $\times$ XC 18
Isotherme - 780°C - 90 mn - HV = 320



Mi 35 - g x 400 $\times$ XC 18
Isotherme - 750°C - 45 mn - HV = 280

2,414 - Le morcellement du grain

Lorsqu'on modifie légèrement les conditions d'introduction directe dans le domaine intermédiaire de températures comprises entre 710 et 800°C environ, on peut observer, à la place de l'expansion très rapide de la p.a.d., un phénomène de morcellement du grain.

Il semble que ce phénomène soit dû à l'activation simultanée d'un très grand nombre de sites de germination de l'austenite. Comme la formation de l'austenite s'accompagne d'une contraction volumique, il y a création d'un grand nombre de petits joints nouveaux.

Pour que ces germes soient viables, ils doivent avoir des dimensions supérieures à un certain volume critique. Si ces germes sont inférieurs à ce volume critique, ils peuvent disparaître au profit de la p.a.d.

Les micrographies Mi 36 et Mi 37 représentent l'apparition de ces germes extrêmement fins et probablement inférieurs au volume critique, le maintien isotherme ayant entraîné à ces températures, la formation de la p.a.d.

Par contre, si les dimensions des germes sont supérieures au volume critique, on obtient un affinement très poussé du grain (Mi 38 et Mi 40).

Il semble donc que l'affinement du grain à l'échauffement dépende surtout de la vitesse avec laquelle on traversera une certaine zone de température comprise entre Ac_1 et Ac_3 .

On remarquera, par ailleurs, que le morcellement du grain est plus important à 770°C qu'à 820°C pour l'acier XC 18, traité exactement dans les mêmes conditions (Mi 40 et Mi 41). Le facteur vitesse d'échauffement ne semble pas suffisant pour expliquer de manière correcte le mécanisme de l'affinement du grain à l'échauffement.

2,415 - Les textures microcellulaires

La restauration de la p.a.d. peut intervenir lorsque toute la ferrite est absorbée, on obtient alors des textures extrêmement fines et homogènes dont les caractéristiques semblent particulièrement intéressantes. Ces microcellules peuvent être équiaxes. On les obtient assez généralement pour les aciers au chrome-molybdène, au premier sommet des courbes isocinétiques Γ_v (Mi 42). Pour les aciers non alliés, le pourcentage en carbone doit être supérieur à 0,35 % de carbone dans des conditions normales d'introduction, pour pouvoir obtenir commodément une texture microcellulaire homogène. A 750°C, l'acier XC 48 conserve encore quelques petits noyaux de ferrite. Mais à 760°C, la structure obtenue sera parfaitement homogène (Mi 44 et Mi 44 bis).

Lorsqu'on élève la température, il y a probablement restauration de l'austenite, et les microdomaines équiaxes s'ordonnent suivant certaines directions privilégiées. (Mi 43).

Ce phénomène intervient beaucoup plus vite pour les aciers au nickel-chrome (Mi 45).

2,416 - Croissance normale de l'austenite

La dernière étape de l'austenitisation proprement dite correspond à une réaction de croissance normale. Le front austenitique pénètre peu à peu à l'intérieur des grains ferritiques résiduels qui prennent une forme concave (Mi 46).

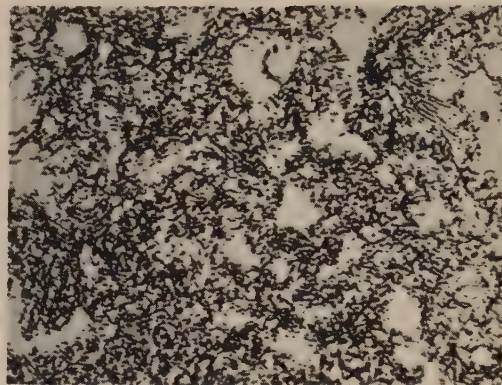
Il se peut, dans le cas des aciers à bas carbone, que la forme des cellules d'austenite se présentent sous forme de plaquettes souvent perpendiculaires à l'interface ferrite-austenite (Mi 47)

En isotherme, la croissance normale de l'austenite est très lente aux basses températures et le grain ferritique conserve un aspect équiaxe (Mi 48 et Mi 49).

MORCELLEMENT DU GRAIN



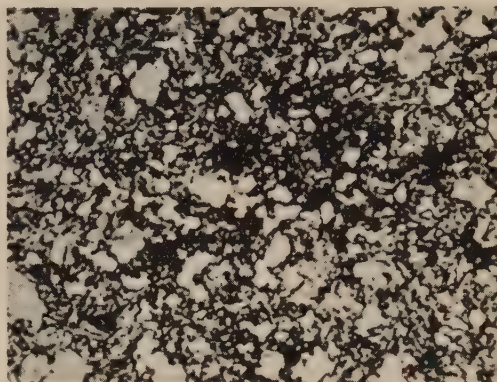
Mi 36 - g x 1 000 - 30 NC 11 - TE
Isotherme - 720°C - 20 mn - HV = 240



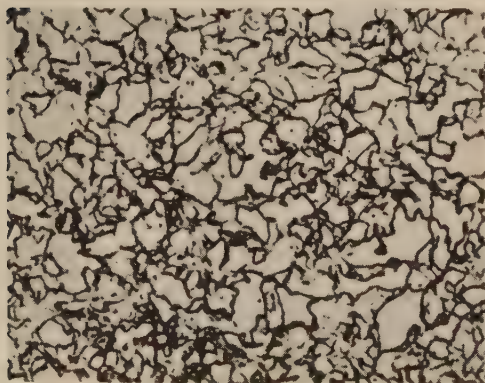
Mi 37 - g x 1 000 - XC 48 - TE
Isotherme - 770°C - 5 mn - HV = 210



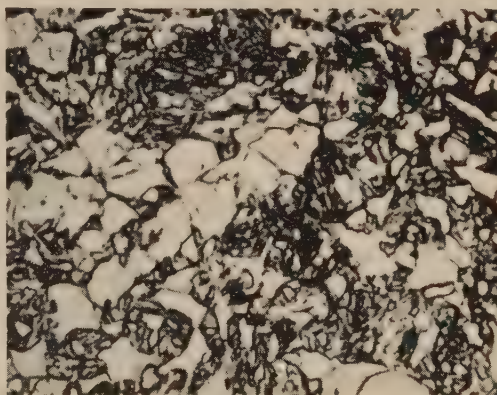
Mi 38 - g - x 1 000 - 14 NC 12 - TE
Isotherme - 760°C - 12 mn - HV = 320



Mi 39 - g x 1 000 - XC 48 - TE
Isotherme - 770°C - 10 mn - HV = 340

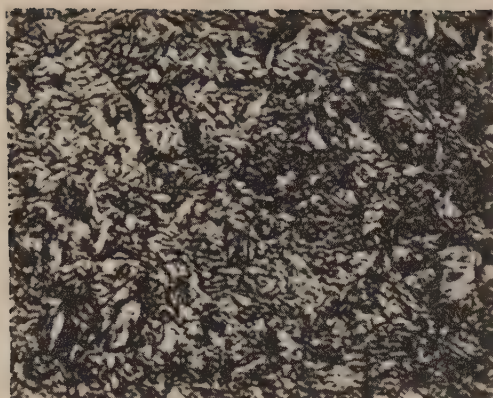


Mi 40 - g x 1 000 - XC 18 - TE
Isotherme - 770°C - 10 mn - HV = 250

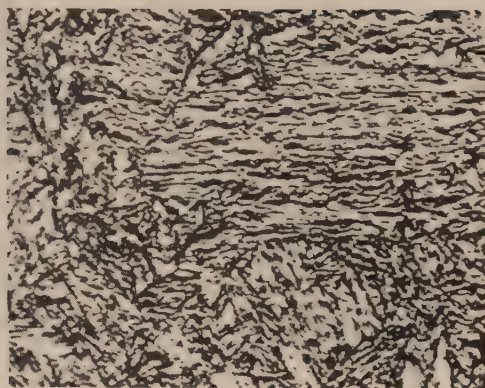


Mi 41 - g x 1 000 - XC 18 - TE
Isotherme - 820°C - 10 mn - HV = 400

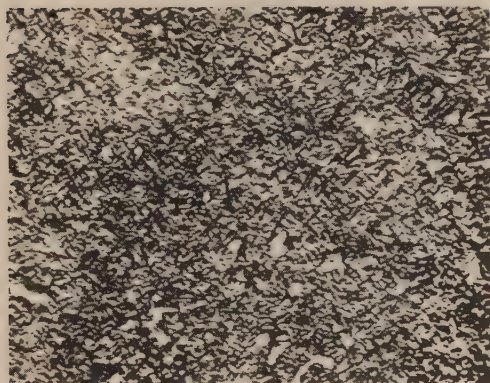
TEXTURE MICROCELLULAIRE



Mi 42 - g x 1 000 $\times$ 25 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ - 830°C - HV = 580



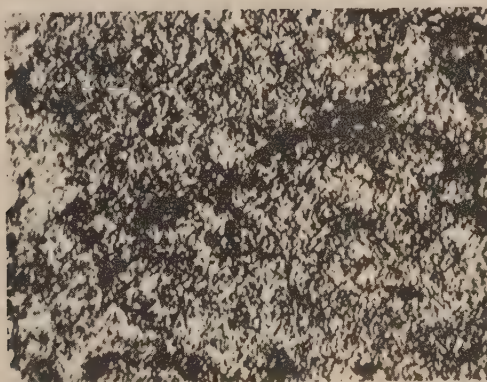
Mi 43 x 1 000 $\times$ 18 CD 4 - TE
+ Isocinétique $\int_{2}^{20}$ - 860°C - HV = 460



Mi 44 - g x 1 000 $\times$ XC 48 - TE
Isotherme - 750°C - 1 h - HV = 700

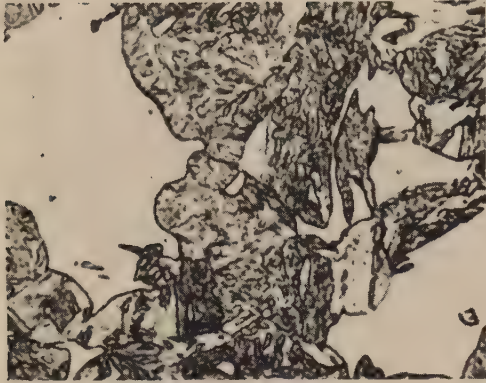


Mi 45 - g x 1 000 $\times$ 35 NC 6
Isotherme - 760°C - 20 mn - HV = 430

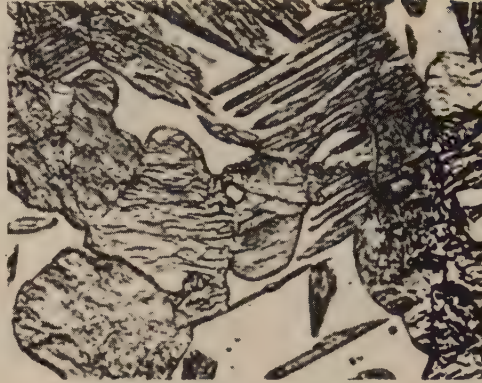


Mi 44 bis - g x 1 000 $\times$ XC 48 - TE
Isotherme - 760°C - 1 h - HV = 800

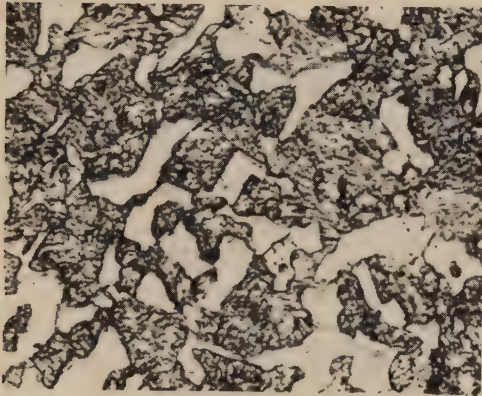
CROISSANCE NORMALE DE LA PHASE AUSTENITIQUE



Mi 46 - g x 1 000 - 16 NC 6 - TE
Isotherme - 760°C - 90 mn - HV = 350



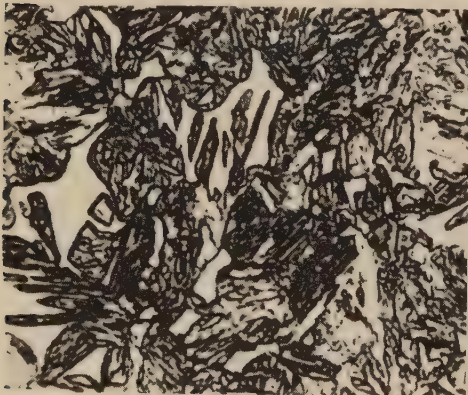
Mi 47 - g x 1 000 - 10 NC 6 - TE
Isotherme - 780°C - 30 mn - HV = 340



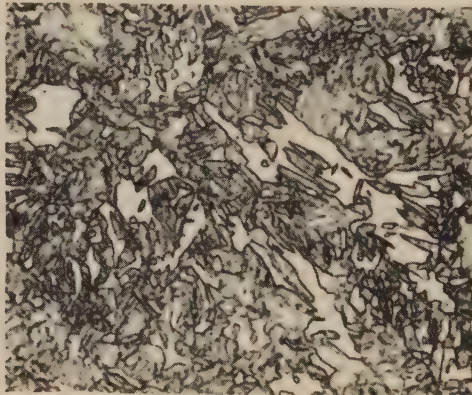
Mi 48 - g x 1 000 - XC 48 - TE
Isotherme - 740°C - 2 h - HV = 520



Mi 49 - g x 1 000 - 18 CD 4 - TE
Isotherme - 810°C - 90 mn - HV = 400



Mi 50 - g x 1 000 - 16 NC 6 - TE
Isotherme - 800°C - 90 mn - HV = 410



Mi 51 - g x 1 000 - 14 NC 12 - TE
Isotherme - 760°C - 1 h - HV = 390

Aux températures plus élevées, cette croissance est plus importante et les plages ferritiques résiduelles présentent un faciès aciculaire (Mi 50 et Mi 51).

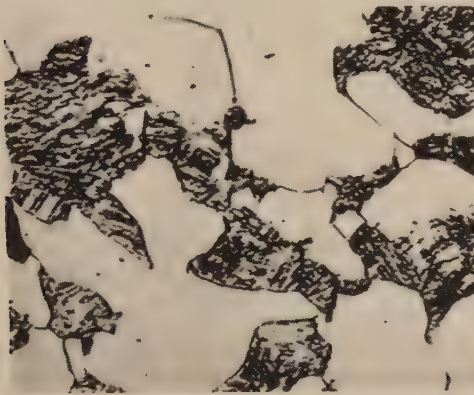
De toute façon, lorsque la ferrite est le siège d'un phénomène de récession, l'avancement de la transformation est extrêmement lent.

L'aspect du joint est aussi très caractéristique des températures où s'effectuent les transformations. Juste au-dessus de A_{c1} , les seules plages affectées par l'austenitisation sont les plages initialement perlitiques, mais le joint non activé ne subit pratiquement aucune modification et il reste très géométrique (Mi 52).

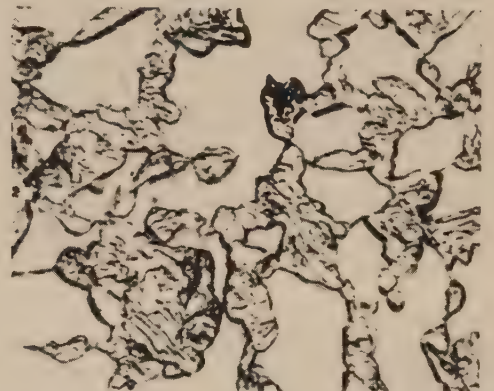
Par contre, à température plus élevée ou en isocinétique Γ_v , la p.a.d. déforme complètement le faciès du joint initial dont le contour est beaucoup plus déchiqueté (Mi 53).

En isothermes, l'activation du joint peut devancer le recouvrement, c'est-à-dire la désactivation des joints par le p.a.d. ; il se forme dans ces conditions une zone limitrophe d'austenite à peu près exempte de carbone à l'interface p.a.d.-ferrite. Cette zone se présente sous forme d'un bourrelet blanc qui pénètre peu à peu dans les grains ferritiques. Comme le carbone diffuse, à température égale, beaucoup moins vite dans l'austenite que dans la ferrite, la formation de cette zone retardera l'homogénéisation ultérieure de l'austenite (Mi 54 et Mi 55)

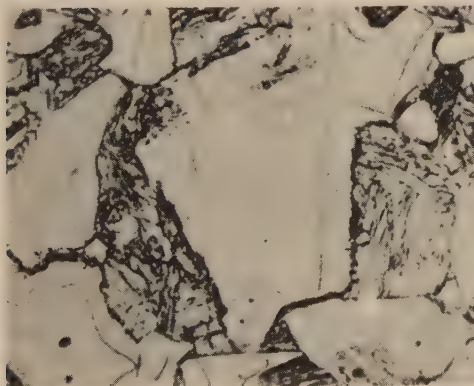
ASPECT DES JOINTS OU DES INTERFACES



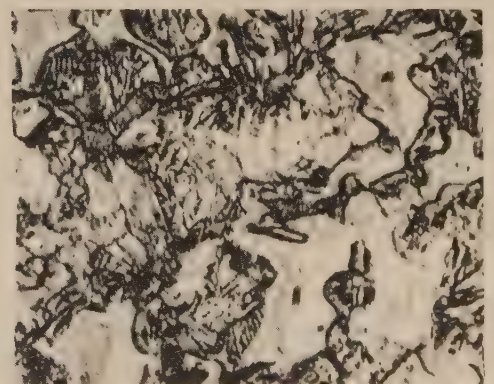
Mi 52 - $\rho \times 1\,000 \mu$ - XC 18 - TE
Isotherme - 740°C - 40 mn HV = 240



Mi 53 - $\rho \times 1\,000 \mu$ - XC 18 - TE
Isocinétique Γ_4^{700} - 790°C - HV = 800



Mi 54 - $\rho \times 800 \mu$ - XC 10 - TE
Isotherme - 875°C - 1 h - HV = 170



Mi 55 - $\rho \times 1\,000 \mu$ - XC 18
Isotherme - 765°C - 15 mn HV = 300

2,417 - Martensite et bainite inférieure

Ces structures sont classiques et bien connues. La martensite quadratique centrée ou martensite blanche est très difficile à attaquer aux réactifs classiques comme le nital 4 %. Elle se présente sous forme d'un relief à la surface de l'échantillon, relief à caractère aciculaire dont les aiguilles sont orientées suivant certains axes cristallographiques de l'austenite. C'est, d'autre part, un constituant extrêmement dur. La dureté de la martensite est fonction de la teneur en carbone. La taille des aiguilles dépend beaucoup du traitement effectué (Mi 57 et Mi 58).

La martensite quadratique se rencontre rarement à l'état pur dans les aciers non alliés ou faiblement alliés. Elle s'accompagne très fréquemment de bainite inférieure qui se présente sous forme de plaquettes plus ou moins larges qui se colorent plus rapidement à l'attaque (Mi 56, Mi 59 et Mi 60).

2,42 - Evolution des structures en fonction des états initiaux d'un acier 18 CD 4

L'acier 18 CD 4 a été étudié de la même manière que l'acier 35 CD 4 (Cf. § 2,313 et Fig. 2,23), à partir de quatre états initiaux différents.

- a - Recuit d'homogénéisation (H) : introduction à la température ambiante
 $v = 180^{\circ}\text{C/h}$ - $\theta_A = 950^{\circ}\text{C}$
 $t = 15 \text{ mn}$ - Ref/four porte fermée.
 (Il y a une décarburation notable). HV = 130
- b - Recuit de normalisation (N) : introduction à 750°C
 $v = 4^{\circ}\text{C/mn}$ - $\theta_A = 925^{\circ}\text{C}$ - $t = 30 \text{ mn}$
 Refroidissement à l'air - HV = 230
- c - Recuit isotherme (I 10 mn) : introduction à 760°C
 $v = 4^{\circ}\text{C/mn}$ - $\theta_A = 920^{\circ}\text{C}$ - $t = 25 \text{ mn}$
 Bain de sels 700°C - 10 mn - TE -
 (Mi 61) Hv = 230
- d - Recuit isotherme (I 4 h) : même programme que 3, mais
 Bains de sels 700°C - 4 h - TE -
 (Mi 62) - HV = 160

Les essais isocinétiques ⁷⁰⁰ ont été effectués simultanément sur ces quatre états initiaux et les résultats des mesures de dureté sont résumés sur la Fig. 2,36.

Les courbes de l'état normalisé et du recuit isotherme, durée 4 h, présentent de grandes analogies, à part la dureté initiale.

Le recuit isotherme, où la structure initiale est ferro-martensitique ou ferro-bainitique est décalée de 10°C vers les basses températures, par rapport aux autres états initiaux, et ceci est dû naturellement à la grande dispersion du carbone ou des carbures dont la mise en solution est facilitée.

Comme dans le cas de l'acier 35 CD 4, la dureté atteinte pour le recuit d'homogénéisation est moindre et ceci est dû à une décarburation notable de cette série d'échantillons.

Cette couche décarburée entraîne un amoindrissement de la trempe et, de plus, la formation d'une couche superficielle fragile après le traitement isocinétique.

Les empreintes de microdureté ou de dureté sont pratiquement illisibles et il faut pour effectuer des mesures correctes et retrouver une empreinte normale, araser l'échantillon sur une épaisseur de 1,5 mm environ. Si l'on meule, après recuit d'homogénéisation, les échantillons, de manière à les araser de 1 mm, avant les traitements isochrones, les résultats seront nettement différents.

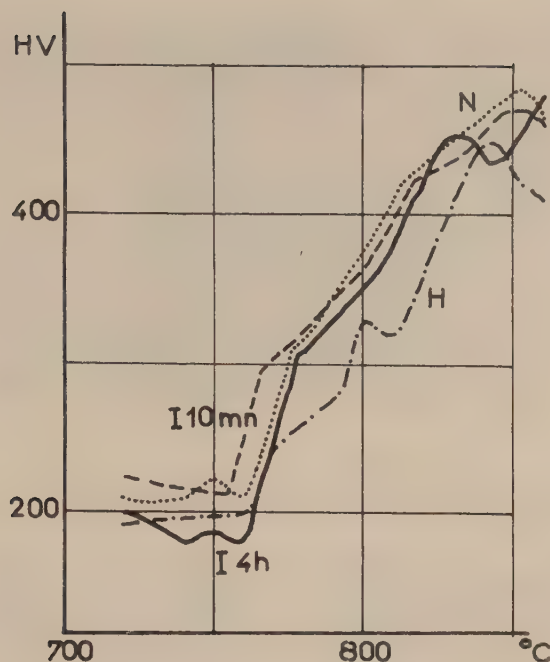


Fig 2,36 - $\int_{4}^{700}$ - 18 CD 4

Le début ou la première phase de l'austenitisation présente des différences très nettes au point de vue micrographique.

Pour le recuit d'homogénéisation, l'austenitisation se limite uniquement aux plages initialement perlitiques sans modification du joint initial. Quant au grain ferritique, il présente plus ou moins la sous-texture "Veining" décrite précédemment (Mi 67).

Cette sous-texture "Veining" disparaît progressivement, lorsqu'on élève la température. A 800°C, elle est encore extrêmement nette et les cellules mosaïques résiduelles sont généralement orientées perpendiculairement aux anciens joints (Mi 68). Il est intéressant de noter, par ailleurs, que la germination de l'austenite, à partir de ces joints, est perpendiculaire au joint (Mi 69). On peut noter, en bas et à gauche de cette micrographie, un joint double relativement géométrique que l'on peut comparer à ceux obtenus pour l'XC 10 (Cf. Mi 20 et Mi 21).

Pour l'état normalisé, l'hérédité austenitique prédomine et la germination de la p.a.d. présente un caractère

aciculaire (Mi 65 et Mi 66). La sous-texture "Veining" apparaît à 770°C, disparaît pratiquement complètement à 810°C, indice d'une récession de la ferrite.

Pour le recuit isotherme 4 h, la restauration de la p.a.d. est chose faite à 820°C où l'on peut observer une texture microcellulaire dans cette phase durcie (Mi 64). La ferrite résiduelle présente une sous-texture "veining" qui n'a pas encore subi le phénomène de récession.

L'état initial, recuit isothermes 10 mn, présente trois phases à 780°C : la phase martensitique ou bainitique initiale où la texture aciculaire est relativement grossière par rapport à la nouvelle p.a.d. qui est beaucoup plus fine, et une phase ferritique très réduite par rapport à l'état initial, mais présentant une sous-texture "Veining" (Mi 63).

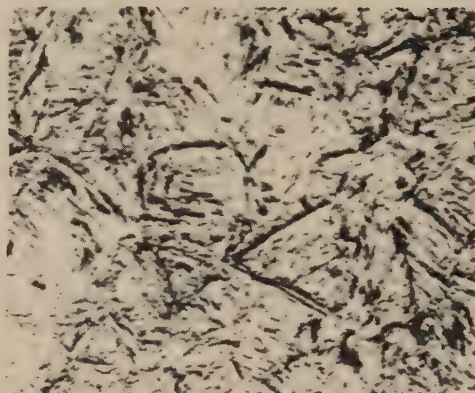
Ceci confirme parfaitement bien l'étude de R. PHILLIPS et W.E. DUCKWORTH sur l'affinement de la martensite obtenu par réaustenitisation rapide [51]

Les structures obtenues en fin d'austenitisation sont remarquablement semblables, excepté pour l'état homogénéisé où le grain obtenu est beaucoup plus grossier (Mi 72).

On retrouve au premier sommet des isocinétiques la texture microcellulaire équiaxe, assez caractéristique des aciers au chrome-molybdène (Mi 70). Pour des aciers plus chargés en chrome et en éléments d'addition, comme le Z 100 CDV 5 par exemple, cette texture reste pratiquement stable entre 900 et 1000°C. Au point de vue caractéristiques mécaniques, ces textures semblent intéressantes, leur dureté étant à peu près identique à celle d'une martensite classique. On trouve chez certains auteurs, l'expression de "Martensite granulaire". GUILLET [52] signalait déjà l'équivalence des caractéristiques mécaniques pour des aciers à coupe rapide, à 5 ou 6 % de chrome et 18 % de tungstène entre un traitement prolongé à 900°C et un traitement à 1250°C.

La chute de dureté qui accompagne l'élévation de température ultérieure est probablement due à une restauration de l'austenite. L'orientation de la texture se fait suivant certains plans cristallographiques privilégiés de l'austenite, ce qui confère à la texture mosaïque un faciès aciculaire (Mi 71).

MARTENSITE ET BAINITE INFERIEURE

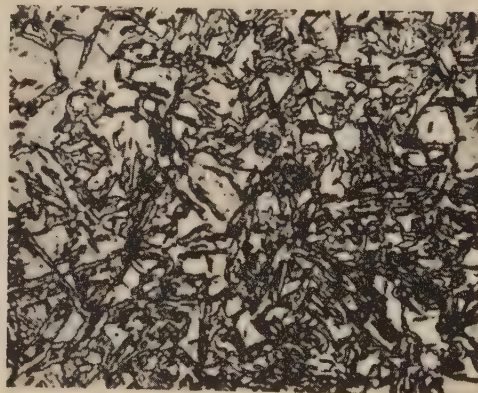
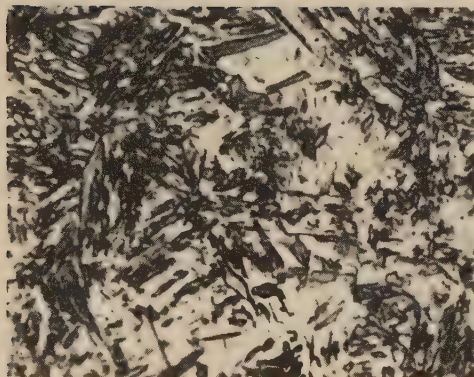


Mi 56 - g x 1 000 μ - C 52 - TE
Isotherme 770°C - 1 h - HV = 850

Mi 57 - g x 1 000 μ - XC 18 - TE
Isotherme - 770°C - 1 h - HV = 460



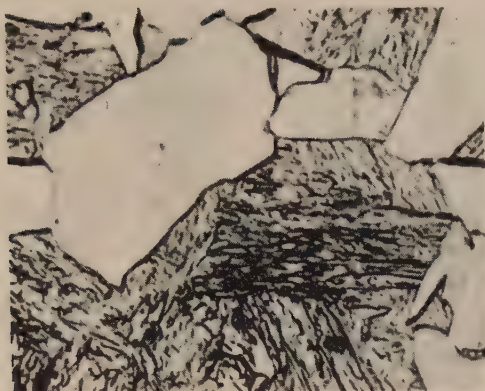
Mi 58 - g x 1 000 μ - XC 18 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700} 850^{\circ}\text{C}$ - HV = 500



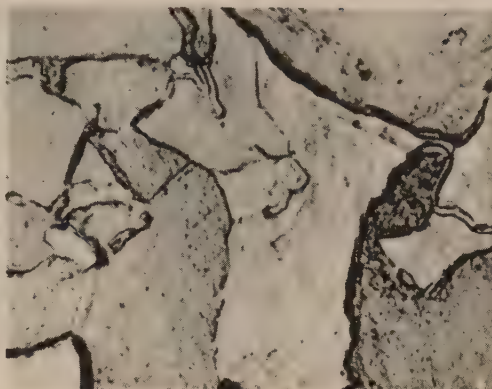
Mi 59 - g x 1 000 - 42 CD 4 - TE
Isotherme - 840°C - 2 h - HV = 770

Mi 60 - g x 800 - XC 48 - TE
Isotherme - 785°C - 2 h - HV = 770

STRUCTURES D'AUSTENITISATION DE L'ACIER 18 CD 4



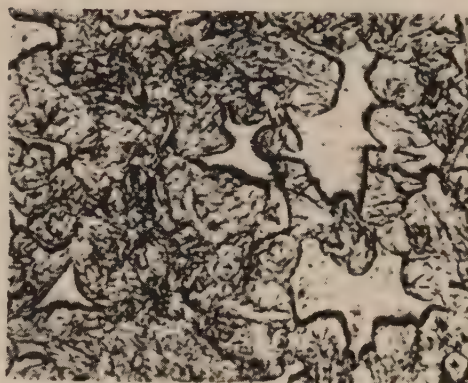
Mi 61 - g x 1 000 * - 18 CD 4 - TE
Isotherme - 700°C - 10 mn - HV = 230



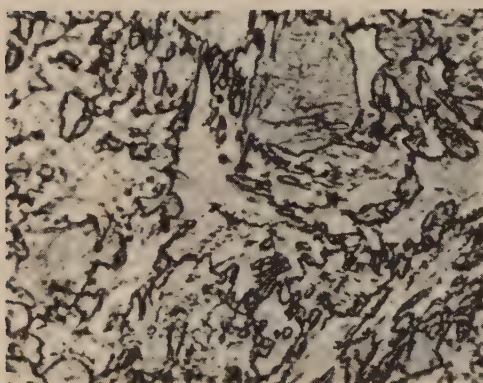
Mi 62 - g x 1 000 * - 18 CD 4 - TE
Isotherme - 700°C - 4 h - HV = 160



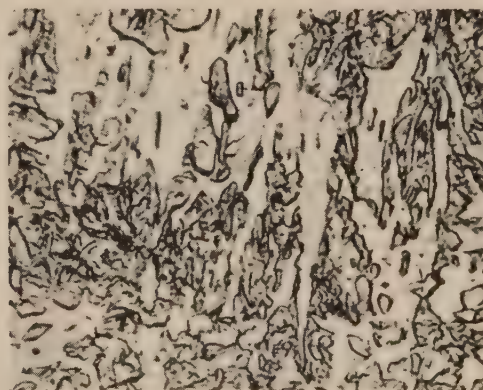
Mi 63 - g x 1 000 * - 18 CD 4 - TE - 780°C
Isocinétique Γ_4^{700} I 10 mn - HV = 320



Mi 64 - g x 1 000 * - 18 CD 4 - TE
Isocinétique Γ_4^{700} I 4 h - 820°C - HV = 425

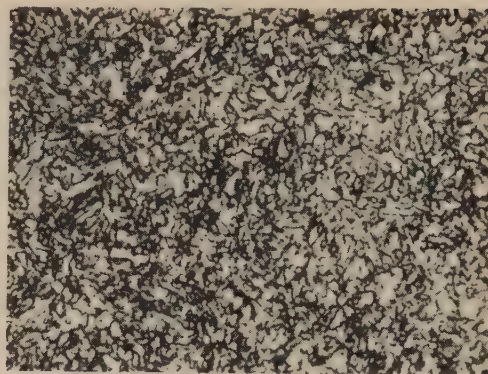


Mi 65 - g x 1 000 * 18 CD 4 - TE
Isocinétique Γ_4^{700} N - 770°C - HV = 260



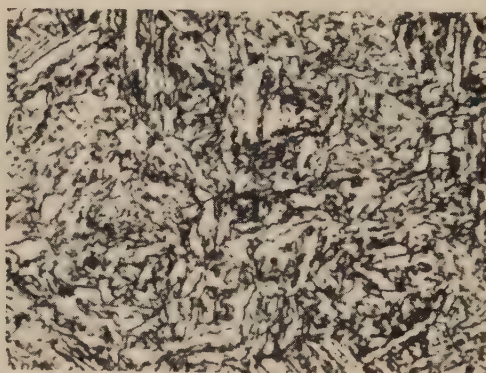
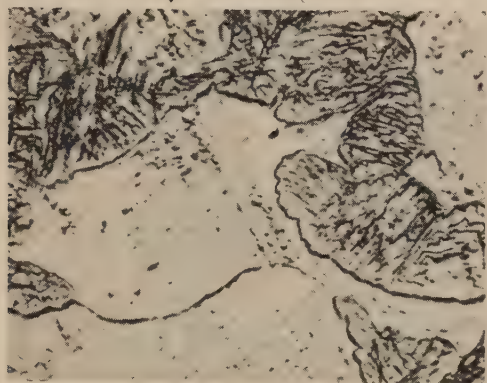
Mi 66 - g x 1 000 - 18 CD 4
Isocinétique Γ_4^{700} - N - 810°C - HV = 410

STRUCTURES D'AUSTENITISATION DE L'ACIER 18 CD 4



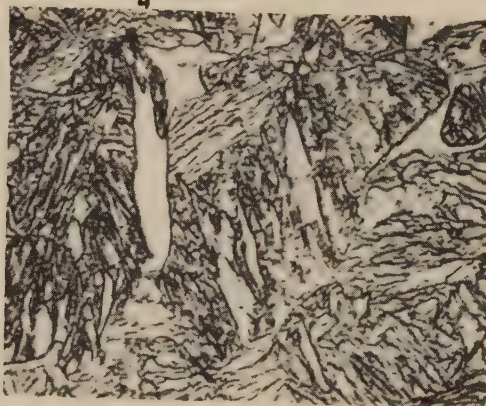
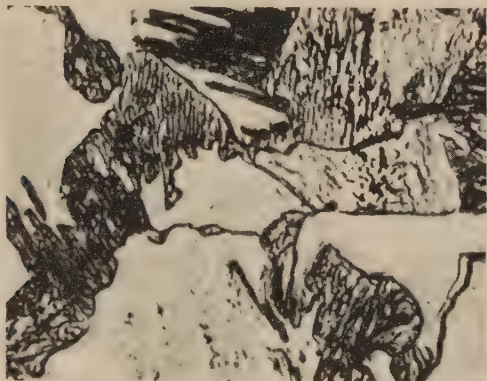
Mi 67 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ H - 780°C - HV = 260

Mi 70 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ N - 850°C - HV = 480



Mi 68 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ H - 800°C - HV = 330

Mi 71 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ I 10 mn - 840°C - HV = 440



Mi 69 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ H - 810°C - HV = 320

Mi 72 - g x 1 000 $\times$ - 18 CD 4 - TE
Isocinétique $\int_{4}^{700}$ H - 840°C - HV = 450

2,43 - Aspect particuliers de quelques structures en microscopie électronique

Le microscope électronique permet de résoudre certains détails de texture qu'il est impossible d'observer en microscopie classique.

L'interprétation des clichés en microscopie électronique reste encore extrêmement délicate, plus encore qu'en microscopie optique, et sans vouloir reprendre l'étude systématique faite précédemment, nous nous limiterons à quelques aspects particuliers de certaines structures et textures.

La préparation des répliques a été effectuée par la technique suivante :

- a - préombrage à l'or,
- b - Evaporation de carbone dans la boule à vide,
- c - Séparation des répliques par électrolyte de JACQUET (Code BEPER)
- d - Observation sur un microscope électronique TRUB TAUBER dont le pouvoir de résolution est de l'ordre de 4 nanomètres.

Très généralement, les carbures, s'ils existent, sont déchaussés par l'électrolyte lors de la séparation des répliques. Aussi apparaissent-ils sous forme de taches noires sur la micrographie. La ferrite, elle, se présente sous un aspect granuleux extrêmement fin (Mi 73).

A faible grossissement, les structures martensitiques ont un caractère aciculaire aussi caractéristique qu'en microscopie optique. (Mi 74).

Mais à fort grossissement, on remarquera l'absence de rariois. La structure, très homogène, est formée de domaines très légèrement désorientés les uns par rapport aux autres, dont les dimensions sont de l'ordre de 50 nanomètre environ (Mi 75).

Les structures bainitiques, à fort grossissement, sont formées de bandes parallèles, les unes exemptes de relief et les autres présentant un agrégat de taches noires plus ou moins résolubles (Mi 76).

Pour certains, ces taches noires proviendraient d'un effet de diffraction dû à l'existence de microcontraintes dans ces domaines. Mais il n'est pas exclu qu'il s'agisse là de microprécipités.

Les structures intermédiaires obtenues dans le domaine α - δ sont caractérisées par l'existence de joints particuliers ou de sous-joints dont l'orientation peut donner un indice sur le système cristallographique selon lequel s'effectue la restauration.

Les micrographies 77 et 78 représentent les détails d'une interface entre une plage ferritique résiduelle et les plages austénitiques transformées en martensite ou bainite par trempe. L'aspect de la ferrite est caractérisé par une texture grenue extrêmement fine. A fort grossissement, le joint présente un échelonnement régulier de crans espacés d'environ 100 nanomètres et perpendiculaires au front du joint.

La restauration de la p.a.d. semble assez caractéristique. En effet elle débute par l'apparition de très nombreux sous-joints répartis d'une manière homogène, mais non continue (Mi 79).

Ces sous-joints, riches en imperfections, se regroupent pour former de nouveaux sous-grains équiaxes extrêmement net (Mi 80).

L'orientation quelconque de ces nouveaux sous-joints laisse supposer que la p.a.d., du moins aux températures plus proches de Ac_1 que de Ac_3 , n'est

pas encore restaurée dans le système CFC de l'austenite, et que ce phénomène de restauration affecte plus probablement un système CC où les plans de glissements sont au nombre de trois. La mise en solution du carbone pourrait être alors intergranulaire.

Par contre, aux températures proches de Ac_3 , si l'on observe encore des sous-joints extrêmement nets dans la phase transformée, ces sous-joints sont tous orientés suivant certaines directions privilégiées. Il est non moins probable que l'évolution de la p.a.d. conduit à une structure austénitique CFC, système cristallographique où il n'y a plus qu'une seule direction de glissement. Cet arrangement des sous-joints correspondrait au phénomène de restauration de l'austenite.

L'introduction directe à 870°C de l'acier 15 CDV 6 conduit à une germination désordonnée de l'austenite à partir des joints et au sein des grains (Mi 81). Un maintien isotherme de 2 h montre que la restauration de l'austenite a eu lieu (Mi 83), mais la géométrie des sous-joints lacunaires est beaucoup moins régulière que dans le cas d'une introduction directe à 845°C (Mi 82).

On retrouvera le même phénomène, dans le même domaine de températures, en essai isocinétique $\int v$ (Mi 84).

2,44 - Remarques sur l'analyse micrographique

Les essais micrographiques recoupent très exactement les essais de dureté du paragraphe 2,3 et permettent de dégager grossièrement trois étapes dans le phénomène d'austenitisation.

- a - La formation d'une phase durcie qui n'est peut-être pas forcément austénitique au début de la transformation. Cette phase durcie est pratiquement limitée aux plaques initialement perlitiques.
- b - Les modifications banales, apparition et disparition de contraintes et microcontraintes dues au gradient thermique inévitable.
Ces modifications banales peuvent affecter la phase ferritique ou la phase durcie qui seront le siège éventuel de phénomènes de restauration ou de récession.

- c - La croissance normale de la phase austénitique.

Il est évident que la deuxième étape peut recouvrir plus ou moins partiellement la première et la troisième étapes.

L'activation des joints peut avoir une importance très grande sur la troisième étape et sur l'homogénéisation ultérieure de l'austenite.

La structure initiale et le programme d'échauffement affectent plus particulièrement la deuxième étape.



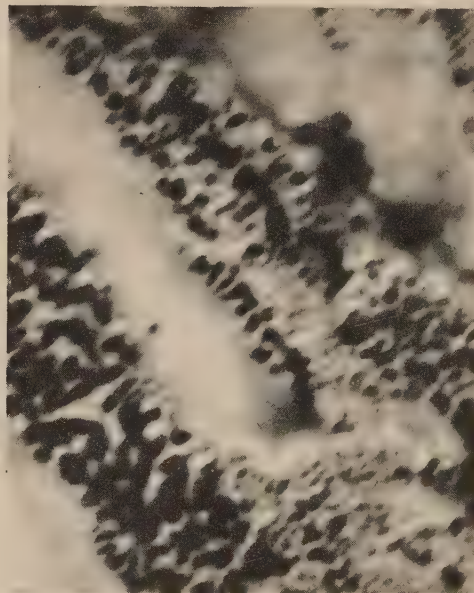
1 μ ———
 Mi 73 - 15 CDV 6 - TE
 Isotherme - 600°C - 7 h - HV = 200



1 μ ———
 Mi 74 - XC 38 - TE
 Isotherme - 900°C - 40 mn - HV = 680



1 μ ———
 Mi 75 - XC 10 - TE
 Isotherme - 770°C - 2 h - HV = 350



0,5 μ ———
 Mi 76 - 15 CDV 6 - TE
 Isocinétique $\begin{matrix} 20 \\ 2 \end{matrix}$ 940°C - HV = 440



Mi 77 - XC 18 - Echauffement lent
Isocinétique Γ_2^{20} 800°C - TE - HV = 420

Mi 78 - XC 18 - Idem - détail



Mi 79 - XC 38 - Introduction directe
Isotherme - 730°C - 40 mm - TE - HV = 360

Mi 80 - 15 CDV 6 - Echauffement lent
Isocinétique Γ_2^{20} 820°C - TE - HV = 280

RECRISTALLISATION PRIMAIRE DE L'AUSTENITE



Mi 81 - 15 CDV 6 - TE
Isotherme - 870°C - 10 mn - HV = 400



Mi 82 - 15 CDV 6 - Introduction directe
Isotherme - 845°C - 10 mn - TE - HV = 350



Mi 83 - 15 CDV 6 - Introduction directe
Isotherme - 870°C - 2 h - TE - HV = 460



Mi 84 - 15 CDV 6 - Echauffement lent
Isocinétique Γ_2^{20} - 870°C - TE - HV = 420

2,5 - UTILISATION DE LA MICROSCOPIE A HAUTE TEMPERATURE -

La microscopie à haute température est une technique relativement récente qui permet l'association de l'observation microscopique à l'utilisation d'un micro-four équipé d'une installation sous vide poussé.

L'étude des transformations relatives aux joints des grains est donc possible.

C. LEYMONIE [52] l'a utilisée plus particulièrement pour étudier le phénomène de l'affinement du grain en fonction du facteur vitesse échauffement sur différentes nuances d'aciers de construction.

G.R. SPEICH [53] l'a utilisée pour étudier les phénomènes de décomposition de l'austenite et surtout la transformation bainitique à 350°C ; il a clairement montré que ce type de transformation s'accompagnait d'un effet de relief de surface observable en microscopie à chaud et même que cet effet de relief pouvait être observé au-dessus du domaine bainitique dans la formation de la ferrite proeutectoïde.

2,51 - Limites de la microscopie à haute température

L'observation en microscopie à haute température est conditionnée par la cinétique de l'attaque thermique. Cette cinétique est très probablement reliée aux phénomènes de diffusion et se révèle, de ce fait, particulièrement complexe.

L'attaque thermique n'est décelable pour les aciers de construction qu'à partir de 550 à 600°C, et encore, se révèle-t-elle extrêmement lente dans ce domaine de température.

Au contraire, là où l'autodiffusion du fer est intergranulaire, un peu au-dessus de Ac_3 , comme l'a démontré C. LEYMONIE [30], l'attaque thermique se développe beaucoup plus vite et le joint se grave très bien.

On considère très généralement les jonctions de grains comme des zones délaissées entre phases cristallines adjacentes. Et, si l'on suppose que les effets de l'attaque thermique sont concrétisés par une véritable évaporation de métal il est logique de s'attendre à ce que ces zones délaissées où les forces de liaisons interatomiques seront moindres, par suite de l'accumulation de défauts ou d'impuretés, métallisent en premier. A l'observation, les joints se gravent plus ou moins lentement, suivant les domaines de températures.

Lorsqu'on étudie le grossissement ou l'affinement du grain, une texture peut remplacer une autre texture de joints. Mais l'attaque thermique généralisée, le coup de gomme en quelque sorte, qui devrait effacer l'ancienne texture, est beaucoup plus lente généralement que l'attaque thermique intergranulaire. Et dans certaines conditions de cycles de traitements thermiques, même relativement longs, il peut se produire une superposition de deux ou même trois textures différentes qui risquent de fausser l'interprétation d'un phénomène. Il est à noter, toutefois, que l'observation en fond noir, permet d'éliminer dans une certaine mesure la superposition des textures.

L'effacement des anciens joints serait facilité en haut du domaine α , là où l'autodiffusion en volume est prépondérante.

Il en résulte que le problème de l'affinement du grain en vitesse d'échauffement rapide semble particulièrement ardu ; il est en effet pratiquement impossible de préjuger de ce qui se passe à l'échauffement, la cinétique de l'attaque thermique étant trop lente.

D'autre part, les phénomènes observés sont des phénomènes superficiels. Mais en ce qui concerne la taille du grain, il semble qu'il y ait une assez bonne corrélation entre la surface de l'échantillon et le cœur, malgré la décarburation qui peut être importante pour les cycles de traitements de longue durée à haute température.

Une autre difficulté est la détermination exacte de la température de la surface observée. D'après C. LEYMONIE [54], la température de surface de l'éprouvette serait, pour le microfour VACUTHERM utilisé, de 30°C supérieure à celle enregistrée par le couple thermoélectrique. Cet écart de température a été confirmé ultérieurement par des chercheurs allemands.

Par ailleurs, le grossissement maximal que l'on peut utiliser est de l'ordre de 400.

2,52 - Expériences en microscopie à haute température

Compte tenu des résultats obtenus par les mesures de dureté et par la micrographie, nous avons exploré de la même manière le domaine α - γ du diagramme Fe - Fe₃C en microscopie à haute température.

Et malgré les restrictions précédents, nous avons pu vérifier certains des travaux de SOKOLOV [24] et retrouver des analogies intéressantes avec nos essais précédents.

Par exemple, sur un acier 35 CD 4, indice AFNOR de grosseur de grain initial 1, un chauffage lent entre 765°C et 785°C empêche tout affinement ultérieur du grain. Par contre, une montée rapide en température à 785, 800 ou 810°C provoque un affinement extrêmement net du grain. Cet affinement est moins poussé à 810°C (AFNOR 6) qu'à 785°C (AFNOR 8). A plus haute température, toujours en échauffement rapide (100°C/mn), on observera à 870°C une texture à grains mixtes. Pour l'acier 35 CD 4, le gravage du grain est plus rapide à 810°C (quelques minutes) qu'à 785°C ou 870°C (15 à 20 minutes).

L'accord avec les travaux de SOKOLOV [24] sur un acier du même type est donc extrêmement bon. Mais il semble que le facteur vitesse échauffement ne suffise pas à expliquer le mécanisme de l'affinement du grain. Il est plus correct de penser que c'est la rapidité avec laquelle on traverse un domaine ou l'autre de températures qui est responsable du non affinement du grain.

Si l'on traverse très lentement le domaine de températures correspondant à la première étape de l'austenitisation, il n'y aura pas affinement du grain. Au contraire, lorsqu'on traverse rapidement ce premier domaine et que l'on fasse un maintien dans le domaine de températures suivant, qui correspond à la deuxième étape de l'austenitisation, on observera l'affinement maximal du grain.

Pour les aciers à bas carbone, l'affinement du grain peut se révéler quelque plus complexe.

A partir d'une éprouvette en acier XC 18 normalisé, une montée programmée jusqu'à 960°C permet d'obtenir assez rapidement un grain d'indice AFNOR 1 (Mi 85).

Un refroidissement au four, assez rapide, la chute de température s'effectuant entre 5 et 10 mn, permet de conserver ce gros grain à l'ambiante.

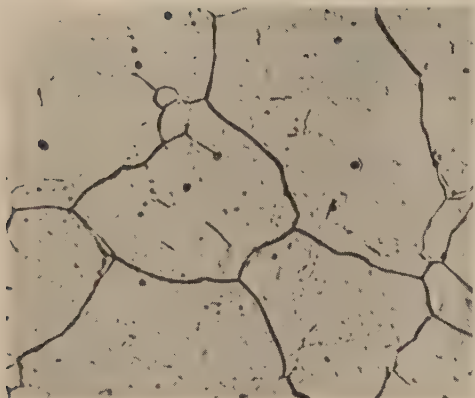
Une préchauffe de 15 mn à 550°C, suivie d'un échauffement rapide à 765°C où l'on maintiendra l'échantillon pendant 1 h, permet d'observer que le grain initial est pratiquement inchangé, mais qu'un affinement assez poussé du grain se développe à l'intérieur des anciens joints (Mi 86).

Un échauffement rapide à 800°C conduit aussi à un affinement du grain, mais l'ancienne texture est alors détruite.

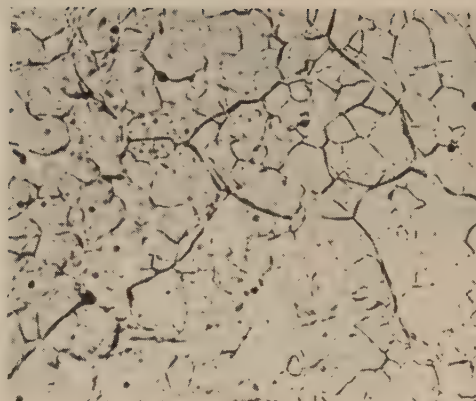
Un échauffement ultérieur à 900°C fait disparaître les nouveaux joints et une nouvelle texture se grave, alors que l'ancienne s'efface peu à peu (Mi 87).

Après refroidissement à l'ambiante (Mi 88), un nouveau cycle de montée rapide en température à 880°C conduit au même phénomène : effacement progressif de la seconde texture au profit d'une troisième texture (Mi 89 et Mi 90). L'observation en fond clair permet de retrouver après ces cycles répétés et un temps de maintien relativement long à 880°C, le souvenir des deux premières textures.

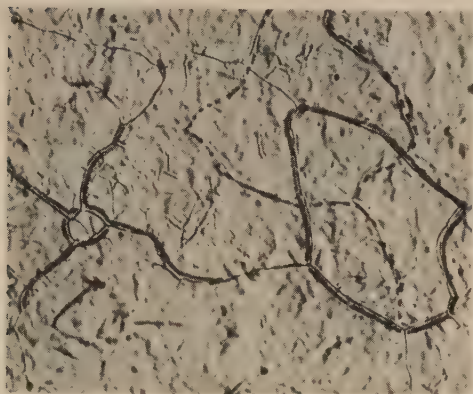
Ces chauffages rapides au-dessus de Ac₃ n'influent pratiquement pas sur la taille finale du grain. Mais la lenteur de l'attaque thermique peut laisser supposer qu'il y a probablement eu affinement du grain suivie très rapidement de la décohérence d'un certain nombre de joints nouveaux qui laissent place finalement à la nouvelle texture observée.



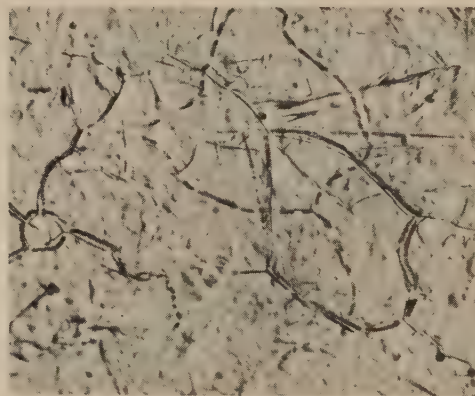
Mi 85 - g x 100 - XC 18 - 960°C



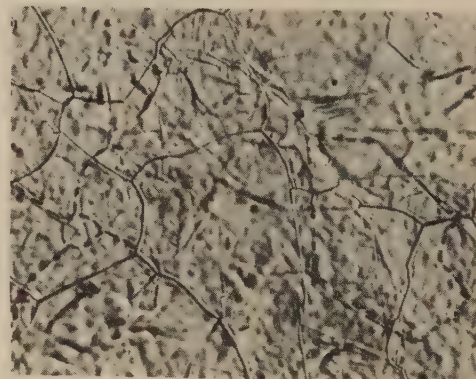
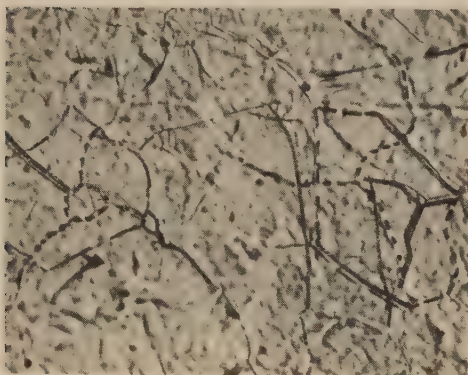
Mi 86 - g x 100 - XC 18 - 765°C - 30 mn



Mi 87 - g x 100 - XC 18 - 900°C - 5 mn



Mi 88 - g x 100 - XC 17 - ambiante



Mi 89 - g x 100 - XC 18 - 880°C - 10 mn Mi 90 - g x 100 - XC 18 - 880°C - 40 mn

Les aciers au nickel-chrome sont souvent plus difficiles à traiter thermiquement pour obtenir un effet voulu que les aciers non alliés ou les aciers au chrome-molybdène.

L'acier 30 NC 11, état initial adouci, est chauffé à 1 000°C et maintenu à cette température 30 mn pour obtenir un grain AFNOR 1 environ. Cette opération est suivie d'un refroidissement relativement lent (400°C/h) jusqu'à 500°C pour éviter le phénomène de trempe (Mi 91).

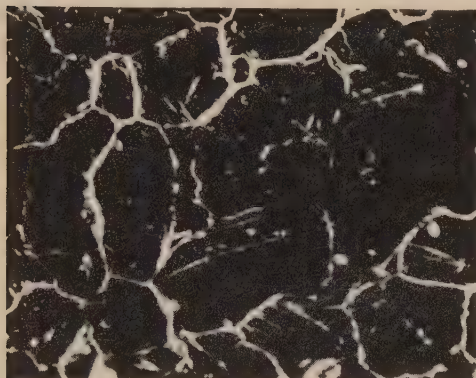
L'éprouvette est ensuite réchauffée rapidement à 860°C et l'on obtient après 30 mn de maintien des grains mixtes et une nouvelle texture (Mi 92).

Après chauffage à 1 000°C pendant 10 mn pour reformer un gros grain, dont la texture sera la même qu'à 860°C, seules les petits grains disparaissent ; on refroidit alors assez rapidement jusqu'à 400°C.

Un nouveau cycle comprenant une montée rapide à 725°C, où l'on maintient l'échantillon pendant 1 h, ne perturbe pas la texture originale obtenue précédemment à 860°C. Mais un grand nombre de petits sous-joints apparaissent progressivement à l'intérieur des grains (Mi 93).

Un chauffage ultérieur à 900°C entraîne une recristallisation de l'échantillon, mais le grain a été considérablement affiné (AFNOR 6). Il suffit de comparer les micrographies 91 et 94.

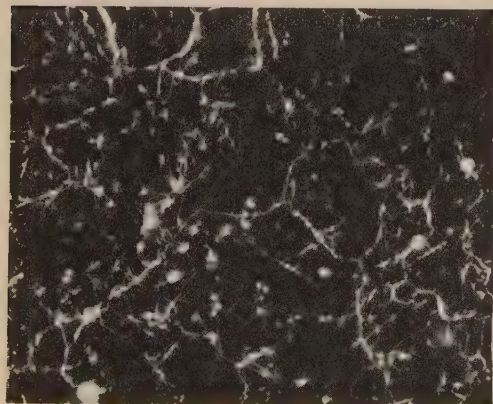
Comme pour l'acier 35 CD 4, un chauffage lent entre 700°C et 725°C empêcherait l'affinement ultérieur des grains.



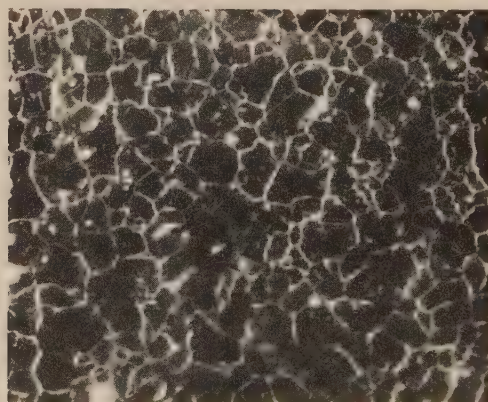
Mi 91 - $\varphi \times 100$ - 30 NC 11 - 500°C



Mi 92 - $\varphi \times 100$ - 30 NC 11 - 860°C - 30 mn



Mi 93 - $\varphi \times 100$ - 30 NC 11 - 725°C - 30 mn



Mi 94 - $\varphi \times 100$ - 30 NC 11 - 900°C - 15 mn

Le phénomène de grossissement exagéré du grain est très généralement caractérisé par une grande régularité des joints. L'expression de "cannibalism effect" ne semble pas justifié. Un grain ne grossit pas aux dépens de ses voisins, mais certains joints de moindre énergie disparaissent littéralement et il y a un nouvel équilibre qui s'établit entre les joints restants (Mi 95 et Mi 96).

Un autre type de phénomène observable en microscopie à haute température est la transformation martensitique.

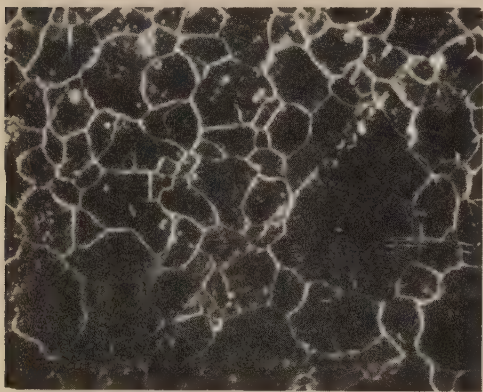
Un acier XC 18 a été préchauffé 30 mn à 450°C et porté rapidement à 765°C, puis chauffé à 200°C/h jusqu'à 875°C et enfin porté rapidement à 965°C. Au cours du refroidissement au four assez rapide, 100°C/mn pour les 300 premiers degrés, on peut observer un relief aciculaire qui se développe brutalement entre 700 et 600°C.

Selon SPEICH, dans certaines conditions, la formation de la ferrite proeutectoïde aurait un caractère martensitique.

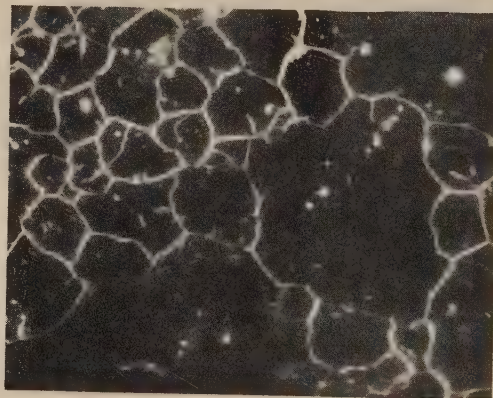
Ce relief affecte profondément la superficie de l'échantillon. En effet, un traitement ultérieur d'affinement du grain, puis de grossissement du grain ne permet pas d'éliminer les aiguilles formées au cours de la trempe. (Mi 97 et Mi 98). La martensite obtenue sur les aciers 30 NC 11 ou 35 CD 4 a une texture beaucoup plus fine qui s'élimine plus rapidement lors de traitements ultérieurs.

On remarquera sur la micrographie 98, quelques macles très discrètes.

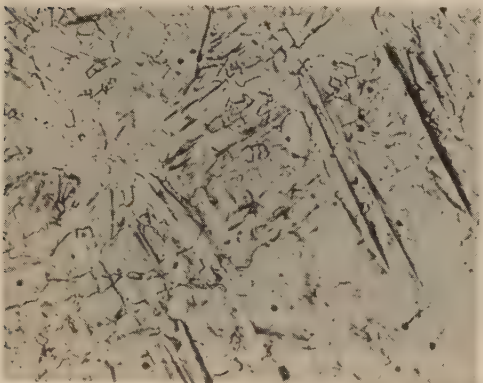
Les macles peuvent apparaître à l'échauffement et parfois au refroidissement. L'attaque thermique est très légère sur les macles et leur observation reste de ce fait assez délicate.



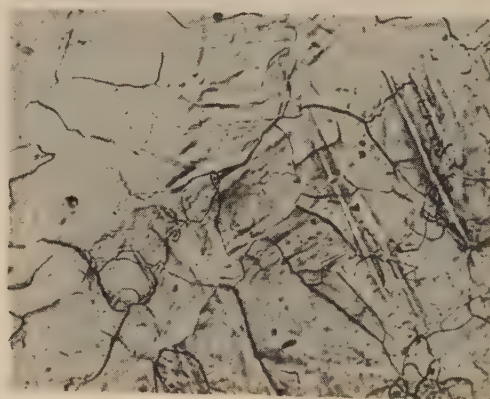
Mi 95 - $\times 100$ - XC 18 - 950°C - 10 mn



Mi 96 - $\times 100$ - XC 18 - 950°C - 30 mn



Mi 97 - $\times 100$ - XC 18 - 880°C



Mi 98 - $\times 100$ - XC 18 - 970°C

2,53 - Remarques sur les essais de microscopie à haute température

Ces essais nous ont permis de corroborer les essais précédents. Il est hors de doute que le programme d'échauffement a au moins autant, sinon plus d'importance que le programme de refroidissement.

D'autre part, les essais à chaud montrent qu'il existe plusieurs étapes de l'austenitisation correspondant à différents domaines de température :

a - Une première zone où il suffit de chauffer lentement pour conserver le grain initial.

b - Une deuxième zone qui, atteinte rapidement, permet un affinement homogène et important du grain initial. Aux basses températures de cette deuxième zone, les anciens joints sont conservés ; aux températures supérieures de cette zone, les anciens joints disparaissent.

c - Si l'on traverse rapidement ces deux zones, la texture originale est détruite. Il est probable que l'on passe momentanément par l'étape affinement du grain, mais l'on obtient le plus souvent des grains mixtes, si ce n'est une taille de grain comparable au grain original.

d - Au-dessus de A_{c3} , le phénomène de recristallisation de l'austenite est caractérisé par l'augmentation de la péométrie des joints. Quant au phénomène du grossissement exagéré du grain, il est caractérisé par la disparition de certains joints de moindre énergie. La notion de taux d'écrouissage critique est probablement à relier au grossissement exagéré du grain.

N.B. - L'état initial a une assez grande importance sur la position relative de ces différents domaines.

On peut faire les hypothèses suivantes sur le mécanisme de l'affinement du grain à l'échauffement.

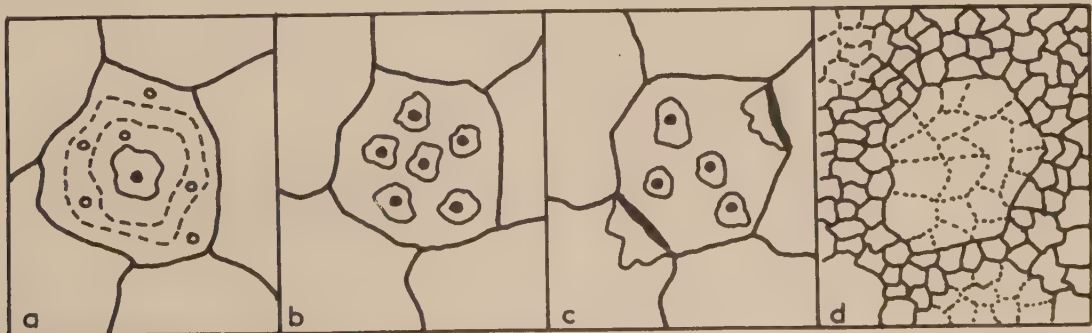
a - Lorsqu'on chauffe lentement dans la première zone, seuls quelques sites de germination de l'austenite sont activés. La phase austénitique croît et absorbe un grand nombre de sites possibles de germination.

Cette phase peut être bloquée dans sa croissance par les joints existants.

b - Au contraire, la traversée rapide de cette première zone et le fait d'atteindre une température plus élevée, permettent l'activation d'un grand nombre de sites à la fois, et la différence volumique entre l'austenite et la ferrite entraîne la formation d'un grand nombre de joints nouveaux.

c - Si la température s'élève, les vieux joints peuvent être activés et l'ancienne texture disparaîtra ou encore, il se peut que la croissance de la phase austénitique absorbe l'ancien joint pour envahir un autre grain.

d - Les phénomènes de recristallisation ultérieure sont caractérisés par la disparition de joints ou de sous-joints de moindre énergie dont la densité en imperfections ou impuretés est moindre.



-:-:-

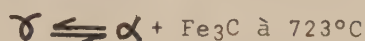
ANALYSE THEORIQUE DU PHENOMENE D'AUSTENITISATION

-:-:-

Après un bref rappel sur la cristallographie des différents constituants que l'on peut rencontrer dans les aciers et les définitions de certains termes comme polygonisation, restauration ou recristallisation, nous essaierons de dégager les lignes essentielles du phénomène d'austenitisation par domaines de températures croissantes.

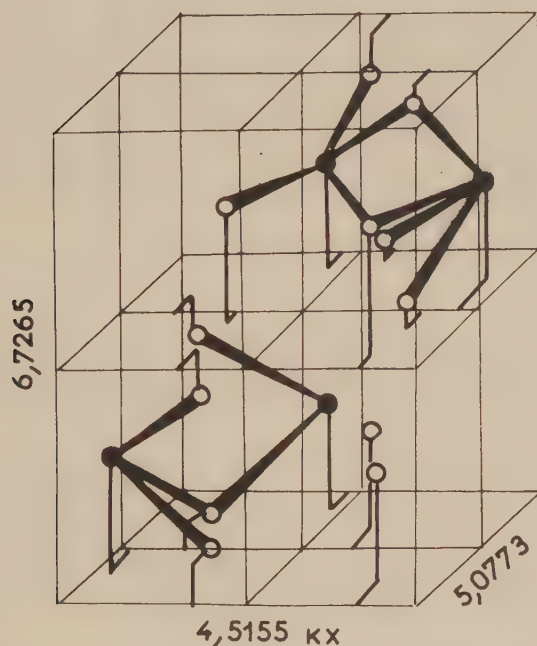
3,1 - RAPPEL DE QUELQUES NOTIONS DE METALLURGIE PHYSIQUE -3,11 - Les constituants physicochimiques dans les aciers

La cémentite, Fe_3C , contient 25 % d'atomes de carbone, c'est-à-dire 6,67 % en masse de carbone :



La formation des deux phases ferrite et cémentite, dont l'une contient la presque totalité du carbone et l'autre très peu, ne nécessite qu'une diffusion localisée du carbone.

La cémentite cristallise suivant le système orthorhombique (Fig.1 et Fig.2)



d'après H.J. GOLDSCHMIDT

Fig 1 - Maille conventionnelle de la cémentite [55]

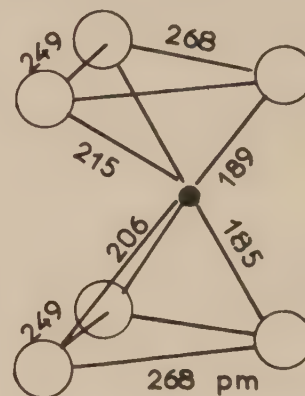


Fig 2 - Distances fer-carbone dans la cémentite [56]

La ferrite ne contient normalement que 0,025 % en masse de carbone à la température de 723°C et 0,008 % en masse de carbone à l'ambiante. Le carbone

expulsé au cours du refroidissement précipite sous forme de cémentite tertiaire. Cette forme de cémentite n'est décelable au microscope que dans les aciers extra-doux. On l'appelle parfois cémentite intergranulaire, puisqu'elle n'apparaît qu'aux joints des grains.

La ferrite peut se présenter sous différentes textures selon son origine. Dans les aciers hypoeutectoïdes, la ferrite proeutectoïde a un caractère granulaire ou réticulaire lorsque le pourcentage en carbone augmente. La ferrite probainitique, obtenue par traitements thermiques isothermes, présente un faciès aciculaire. La ferrite associée à la cémentite est eutectoïde dans l'agrégat connu sous le nom de perlite.

Au point de vue cristallographique, la ferrite cristallise comme le fer alpha dans le système cubique centré.

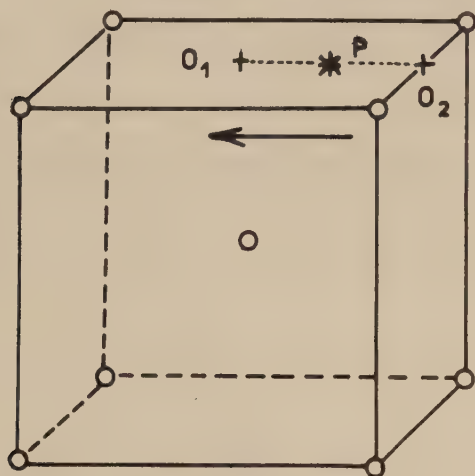


Fig. 3 - Maille conventionnelle de la ferrite.

Les sites interstitiels possibles sont les centres des faces, ou ce qui revient même, les milieux des arêtes O_1 ou O_2 .

Mais les sites interstitiels les plus importants sont les sites $(0, \frac{1}{4}, \frac{1}{2})$ et les sites équivalents comme les sites P.

Il existe quatre de ces sites par face du cube.

Dans les cristaux cubiques centrés, le glissement semble toujours se produire dans les directions $\langle 111 \rangle$, qui sont les directions compactes, mais les plans de glissement ne sont pas aussi bien définis et on en a reconnu trois $\{110\}$, $\{112\}$, $\{123\}$, d'après CHALMERS [57].

L'austenite n'apparaît à l'échauffement qu'au-dessus du point de transformation A_{c1} . Elle cristallise dans le système cubique faces centrées. L'austenite peut être transformée par trempe brutale en martensite, système quadratique centré où le rapport c/a est fonction de la teneur en carbone.

Du point de vue structural, la martensite est de la ferrite sursaturée en carbone. Lorsque les atomes de carbone sont répartis au hasard sur les sites x , y ou z de la maille conventionnelle, le réseau n'est pas quadratique dans son ensemble, mais lorsque la teneur en carbone dépasse environ 0,2 % en masse, le réseau est probablement quadratique à longue distance. Dans le domaine austénitique, les atomes de carbone ont tendance à se placer dans la même direction, car cette disposition diminue la déformation élastique.

Le modèle le plus classique de transformation martensitique est encore celui de BAIN où l'on peut assimiler la structures CFC de l'austenite à une structure quadratique centrée de rapport c/a égal à $\sqrt{2}$ (Fig. 4).

Les sites interstitiels les plus importants de la maille CFC sont les sites $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ ou $(0, 0, \frac{1}{2})$. Ces sites correspondent aux sites $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, 0)$ ou $(0, 0, \frac{1}{2})$ de la maille quadratique centrée de la martensite, encore appelés site oc-

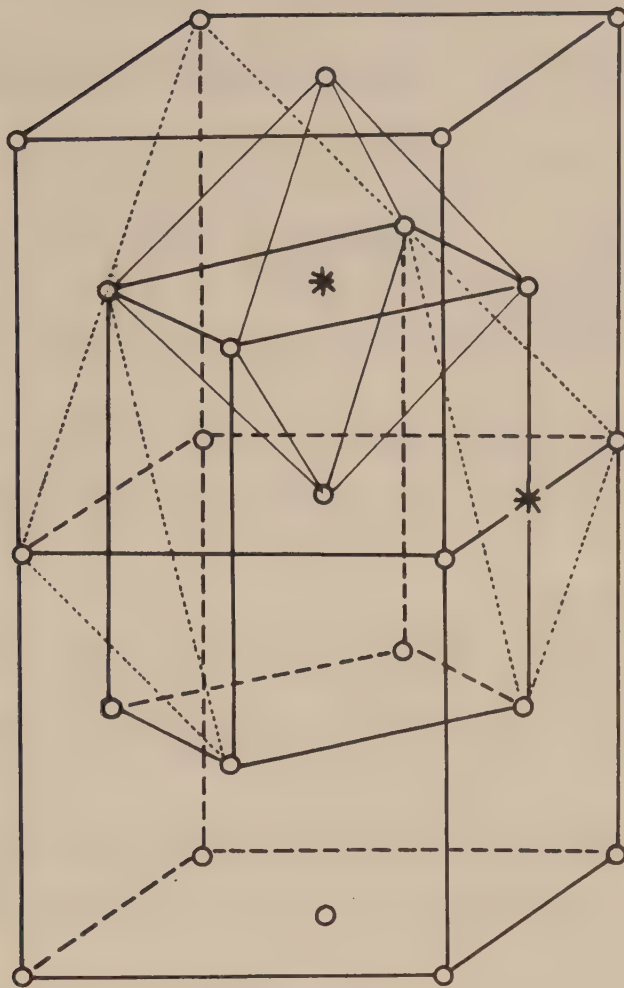


Fig. 4 - Mailles conventionnelles de l'austenite.

taédriques z.

Le passage de l'austenite à la martensite, peut se concevoir par la contraction des arêtes z et l'expansion limitée des arêtes x et y, le carbone n'ayant pas le temps de diffuser.

De la même manière, on peut penser que la transformation allotropique $\alpha-\gamma$ à l'échauffement s'effectue avec dilatation des axes z et contraction des axes x et y du système C.C. pour obtenir finalement le système CFC.

La correspondance des plans $\{110\}$ et $\{111\}$ est particulièrement mise en évidence par l'hypothèse précédente.

La formation de la cémentite à partir de l'austenite est beaucoup plus difficile à concevoir. On peut imaginer une distorsion de la maille octaédrique conventionnelle de l'austenite accompagnée d'un déplacement de l'atome de carbone n'excédant pas une distance interatomique.

3,12 - Les imperfections dans les cristaux et leur élimination

On peut classer les imperfections en trois catégories :

- 1 - les imperfections ponctuelles comme les lacunes, les atomes interstitiels, les atomes en substitution et les défauts ponctuels complexes.
- 2 - les imperfections aréolaires ou dislocations.
- 3 - les imperfections surfaciques où l'on trouve les joints de grain, les sous-joints, les joints de macles, les défauts d'empilements, les parois de domaines ferromagnétiques, les interfaces cohérentes ou incohérentes.

La densité et la répartition de ces imperfections peuvent varier considérablement en fonction des traitements mécaniques ou thermiques.

En dehors des traitements mécaniques, les causes d'augmentation des imperfections ponctuelles, aréolaires ou surfaciques peuvent être imputées, lors de traitements thermiques, à :

- 1 - la décomposition de la cémentite et la mise en solution du carbone.
- 2 - la transformation allotropique qui s'effectue, d'après F.W. CLINARD [22] avec une augmentation de la densité lacunaire à l'échauffement et une augmentation des interstitiels au refroidissement.
- 3 - le durcissement structural dans le cas des aciers au chrome-molybdène par exemple.

Les causes de diminution de ces imperfections peuvent être imputables à différents phénomènes comme la polygonisation, la restauration ou la recristallisation.

La terminologie recouvrant ces phénomènes est encore extrêmement controversée et il n'est pas inutile de rappeler les définitions les plus récentes de certains auteurs.

3,121 - La restauration

Pour G. CHAUDRON [58], la restauration est l'évolution du métal écroui avant que ne commence la recristallisation proprement dite.

Pour A. de SY [59], la restauration est une pseudo-recristallisation à température relativement basse qui se traduit par une relaxation des contraintes.

B. CHALMERS [60] donne un sens plus large à ce terme de restauration qui implique toute tendance d'une structure déformée à retourner vers l'état d'équilibre.

Enfin R.W. CAHN [61] regroupe sous cette expression tous les changements qui ne comprennent pas la transformation d'une structure déformée par migration de joints ouverts.

3,122 - La polygonisation

Très généralement, la polygonisation peut être classée dans les phénomènes de restauration. Elle ne concerne que la diminution de la densité des imperfections aréolaires.

Pour G. CHAUDRON, les dislocations se rassemblent en parois et forment ainsi des sous-joints qui délimitent des sous-grains à l'intérieur des cristaux.

Pour A. de SY, il y a éparpillement des dislocations à partir des zones à forte densité et montée de ces dislocations. Les taches diffuses des diagrammes de LAUE deviennent des points.

Pour B. CHALMERS, il y a redistribution des dislocations en un réseau de plus faible énergie.

R.W. CAHN développe cette notion. Une forme précise et simple de restauration est observable lorsqu'un monocristal est orienté de telle sorte qu'un seul système de glissement puisse s'opérer. Par recuit, le cristal éclate en un certain nombre de sous-grains libres de contraintes, chaque sous-grain conservant l'orientation locale du monocristal original. Ces sous-grains sont séparés par des sous-joints plans qui sont normaux au vecteur du plan de glissement actif. Des états de polygonisation plus poussée apparaissent par fusion de paires de joints adjacents.

Le phénomène peut se prolonger par la formation de cellules équiaxes ou allongées, suivant les systèmes.

3,123 - Recristallisation

Cette expression peut recouvrir un ensemble de phénomènes assez divers.

Pour G. CHAUDRON, la recristallisation conduit à un nouvel état monocristallin ou polycristallin.

A. de SY considère que la recristallisation est contrôlée par des phénomènes de germination et croissance, au cours d'une transformation allotropique, du chauffage modéré d'un métal écroui ou d'une déformation à chaud. Le grossissement du grain à haute température et les macles de croissance sont, pour lui, des pseudo-recristallisations.

Pour B. CHALMERS, la recristallisation est une redistribution des atomes dans un assemblage de cristaux entièrement nouveaux. Ces cristaux croissent à partir de très petits germes, jusqu'à ce qu'ils se rejoignent et absorbent les parties non recristallisées.

Les cristaux formés au cours d'une recristallisation ne sont pas forcément orientés au hasard. Il arrive que certains ou tous les nouveaux cristaux aient des orientations qui appartiennent à la texture de déformation. C'est la "recristallisation in situ".

On peut obtenir à haute température une texture au hasard ou des macles de recristallisation.

Au-dessus de la température de recristallisation, certains grains grossissent aux dépens d'autres qui disparaissent. CHALMERS distingue le grossissement normal du grain où la plupart des grains grossissent en même temps, la recristallisation secondaire où certains grains qui possèdent une orientation particulière peuvent croître préférentiellement et le grossissement exagéré du grain.

Pour R.W. CAHN enfin, la recristallisation est caractérisée par le changement d'orientation cristalline et le balayage du matériau par des joints ouverts. Il distingue la recristallisation primaire où une population de nouveaux grains apparaît souvent aux joints des anciens grains, ces nouveaux grains grossissent aux dépens de la structure déformée, et la recristallisation secondaire où une minorité de joints peut migrer. Seuls, quelques grains grossissent énormément.

L'accord est assez bon sur la définition du phénomène de polygonisation, mais la recristallisation secondaire de CHALMERS, par exemple, n'est autre que la recristallisation primaire de CAHN et parallèlement la recristallisation secondaire de CAHN n'est autre que le grossissement exagéré du grain de CHALMERS.

Et c'est encore la terminologie de G. CHAUDRON qui nous semble la plus claire, aussi l'adopterons-nous avec les quelques nuances suivantes :

1 - polygonisation -

Par relachement des contraintes, un cristallite peut éclater en un certain nombre de cellules séparées par des parois (texture microcellulaire). Si les contraintes proviennent de types d'imperfections autres que les dislocations, nous utiliserons l'expression de pseudo-polygonisation.

2 - récession -

Dans certaines conditions de traitements des paires de parois de signe opposé peuvent s'annihiler et le cristallite original se reformer aux dépens de la texture microcellulaire.

3 - restauration -

Elle est conditionnée par des phénomènes de germination et croissance. L'origine des germes peut être assez diverse. Par exemple, la fusion de deux ou plusieurs parois de polygonisation renforce certaines cellules qui

peuvent devenir des germes de restauration.

On obtient de toute manière des sous-grains séparés par des sous-joints qui sont orientés selon le système cristallin initial.

4 - recristallisation -

Ce phénomène est caractérisé par la disparition des sous-joints de restauration et très généralement par la formation de nouveaux joints et de nouveaux grains.

Il y a changement de l'orientation cristalline.
Le grossissement normal du grain est conditionné par le seul phénomène de croissance.

5 - grossissement anormal du grain -

Certains grains grossissent très rapidement aux dépens des autres. Il est plus correct de parler d'annihilation de certains joints de moindre énergie. La surface totale de joints du grain où se passe ce phénomène diminue et ce joint devient plus rigide, entraînant la disparition de portions moins parfaites, d'où absorption de grains voisins et ainsi de suite.

Sans vouloir souscrire à la théorie de A. de SY qui considère la transformation allotropique comme un phénomène de recristallisation, il est hors de doute que l'introduction d'un certain nombre d'imperfections lors de l'austenitisation, permet l'observation de ces différents phénomènes, soit dans la ferrite, soit dans l'austenite.

3,2 - PREMIERE ETAPE DE L'AUSTENITISATION ; LA PHASE DURCIE -

L'expression de phase durcie a été utilisée pour la première fois par SADOVSKII [24]. Cet auteur montre qu'il existe une très grande affinité entre la "phase austenitique durcie" et un métal écroui à froid.

KIDIN [25] développe cette analogie et suggère que l'apparition de la "précipitation durcissante" lors de la transformation allotropique entraîne une augmentation de la densité des dislocations, qui proviendrait d'une augmentation de l'interface α/γ et d'une déformation plastique due à la différence volumique entre les phases α et γ .

Pour notre part, nous avons constaté dans nos essais de thermomagnétométrie, que l'antiferromagnétisme dû à la présence de l'austenite formée en-dessous du point de CURIE est un phénomène qui se déroule dans le temps.

Pour l'acier XC 38, la chute de ferromagnétisme est lente et continue pendant les deux premières heures. Cette chute est relativement plus rapide pour les aciers XC 55 et 30 NC 11 (Cf. § 2,23).

Par contre, dans les essais isochrones ou isothermes, l'augmentation de dureté est toujours extrêmement rapide au début de l'austenitisation.

D'autre part, MOLINDER [18], par investigation radiocristallographique, ne détecte la présence d'austenite dans un acier hypereutectoïde qu'au delà de 750°C, alors que par trempe à l'eau, on obtient pour cette catégorie d'aciers, des duretés très élevées dès 740°C.

Il n'est donc pas certain que cette phase transformée initiale soit austenitique, aussi utiliserons-nous de préférence l'expression de phase durcie.

Micrographiquement, cette phase durcie peut se présenter sous différentes textures (Fig. 5).

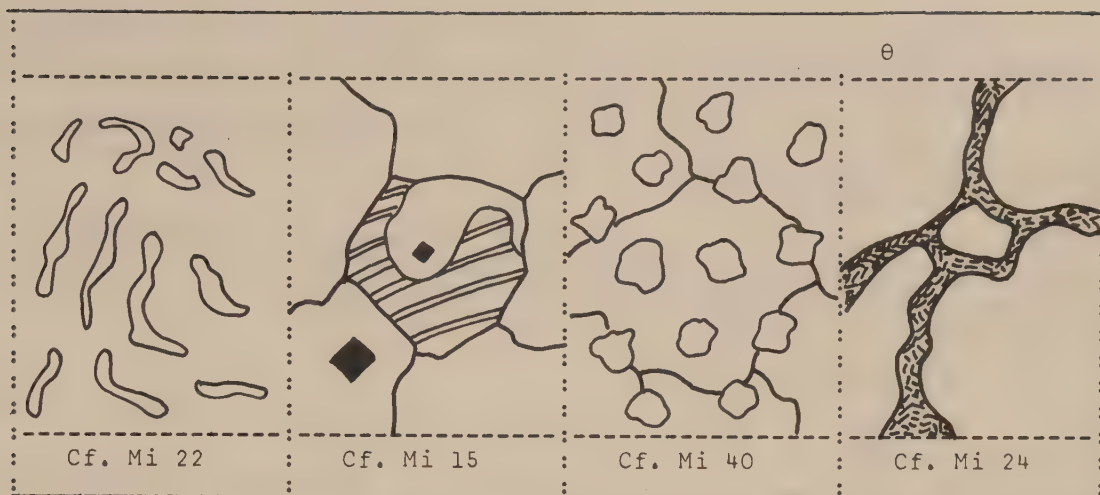


Fig. 5 - Textures de la phase durcie en fonction de la température d'introduction

Au bout d'un temps relativement long aux basses températures de cette première zone, on peut obtenir une fine dispersion de phase durcie dans une matrice ferritique.

La croissance de la phase durcie peut se limiter aux seules plages initialement perlitiques.

Une introduction à une température un peu plus élevée permet d'observer simultanément de très nombreux noyaux de phase durcie qui provoquent un morcellement du grain important.

Enfin, à des températures plus hautes et des temps courts de l'ordre de 5 à 10 mn, correspond une véritable explosion de la phase durcie.

3,21 - Hypothèses sur le mécanisme de formation de la phase durcie

La cémentite des aciers commence à se décomposer au point de transformation Ac_1 et libère une certaine quantité d'atomes de carbone.

La mise en position interstitielle de l'atome de carbone dans la ferrite entraîne une distorsion de la maille (Fig. 6). Les contraintes développées par cette insertion peuvent être génératrices de dislocations.

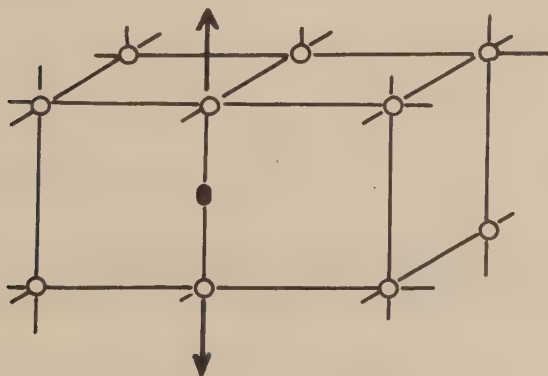


Fig. 6 - Distorsion de la ferrite par un atome de carbone en interstitiel.

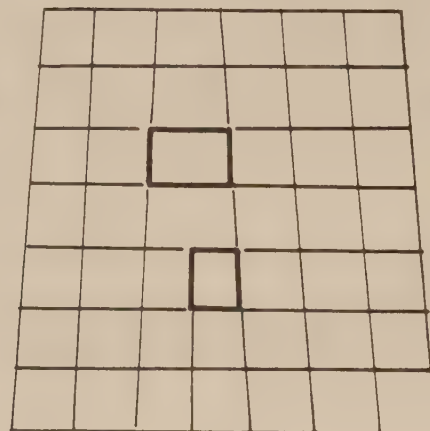


Fig. 7 - Réseau C C
Réseau C F C (maille quadratique).

Dans un domaine perturbé par une dislocation coin par exemple, la région comprimée tend à engendrer les directions de contraction de la transformation $\alpha - \gamma$, tandis que la région dilatée tend à engendrer les directions d'expansion (Fig. 7).

Il est non moins probable que l'interface ferrite-cémentite est riche en imperfections et que la densité des dislocations est plus importante et favorise l'apparition de germes d'austénite.

La rapidité de l'expansion de la phase durcie dans certaines conditions de traitements thermiques peut s'expliquer par le phénomène de multiplication des dislocations, l'agent générateur restant par ailleurs la mise en insertion des atomes de carbone provenant de la décomposition de la cémentite.

3,22 - Introduction de lacunes

Le schéma de la Fig. 7 implique en fin d'austenitisation la formation d'une lacune au centre de la dislocation coin considérée.

Le calcul de la contraction théorique dans la transformation $\alpha - \gamma$ permet de vérifier qu'il y a effectivement une augmentation de la densité lacunaire.

D'après H.W. KING [62], les distances interatomiques du fer alpha et du fer gamma à 916°C, sont respectivement :

$$d_{\alpha} = 251,5 \text{ pm}$$

$$d_{\gamma} = 257,8 \text{ pm}$$

A partir des schémas de la Fig. 8, on peut calculer les volumes respectifs des mailles conventionnelles du fer alpha et du fer gamma, rapportées l'une et l'autre à deux atomes.

$$a_{\alpha} = \frac{2 d_{\alpha}}{\sqrt{3}}$$

$$a_{\gamma} = d_{\gamma} \times \sqrt{2}$$

$$v_{\alpha} = (a_{\alpha})^3$$

$$v_{\gamma} = \frac{(a_{\gamma})^3}{2}$$

La contraction théorique est :

$$\Delta v_t = \frac{v_{\gamma} - v_{\alpha}}{v_{\alpha}} = \frac{v_{\gamma}}{v_{\alpha}} - 1$$

$$\Delta v_t = \frac{3}{4} \sqrt{\frac{3}{2}} \left(\frac{d_{\gamma}}{d_{\alpha}} \right)^3 - 1$$

D'où, d'après les valeurs de H.W. KING,

$$\Delta v_t = - 0,02$$

La contraction volumique due au seul passage de la maille CC du fer alpha à la maille CFC du fer gamma devrait être, d'après ce calcul, de l'ordre de 2 %.

Or, la contraction volumique réelle enregistrée en dilatométrie est seulement de l'ordre de 1 %, d'après G. BERGER [65]. Pour expliquer cette anomalie, la seule augmentation du rayon atomique n'est pas suffisante, comme nous venons de le montrer.

Et la différence entre contraction volumique réelle et contraction volumique théorique implique presque obligatoirement une augmentation de la densité des lacunes, relativement importante, puisqu'elle sera de l'ordre de 1 % du volume environ.

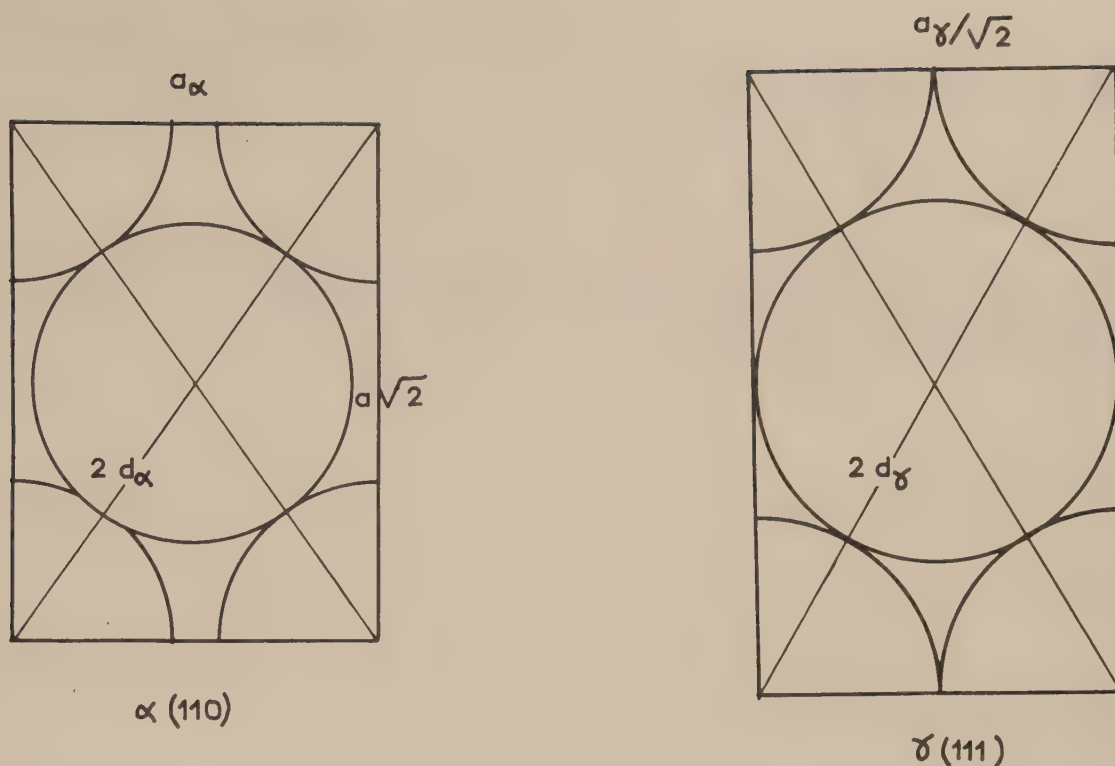


Fig. 8 - Disposition des atomes sur $\alpha(110)$ et $\gamma(111)$

3,23 - Théorie cinétique de la germination

La manière la plus simple d'aborder les lois cinétiques des transformations est de considérer le cas d'une réaction isotherme.

Soit v_G la vitesse de germination par unité de volume à une température déterminée. Si, au temps τ , le volume de la phase non activée est V^α , le nombre de germes nouveaux au temps $\tau + d\tau$ sera $v_G V^\alpha d\tau$.

Lorsque ces germes atteignent un volume critique minimal, la nouvelle phase va croître. Si l'on suppose, pour simplifier, que cette croissance est isotrope, l'augmentation de l'une des dimensions des germes peut être une fonction linéaire ou parabolique du temps.

Dans le cas d'une croissance linéaire, le volume de phase transformée à partir d'un nouveau germe sera :

$$v_\beta = \frac{4\pi}{3} v_C (t - \tau)^3, \text{ si } t > \tau$$

$$v_\beta = 0, \text{ si } t < \tau$$

v_C est la vitesse de croissance volumique, τ est la période d'incubation, c'est-à-dire le temps nécessaire aux nouveaux germes d'atteindre des dimensions suffisantes (volume critique), pour pouvoir commencer à croître.

A une température déterminée, les germes peuvent préexister et τ peut être négatif, nul ou positif.

Dans une première étape, la fraction de phase transformée pendant la période de temps $d\tau$ sera :

$$dV^\beta = v_\beta v_G V^\alpha d\tau,$$

$$V^\beta = 4\pi/3 v \int_0^t v_G v_C (t - \tau)^3 d\tau.$$

Au début de la réaction, on peut considérer V^α comme très grand par rapport à V^β , donc pratiquement égal au volume total V . Et si l'on considère les vitesses de germination et croissance comme constantes, le pourcentage de phase transformée sera donné par l'expression :

$$\xi = \frac{V^\beta}{V} = \pi/3 v_G v_C t^4 \quad (1)$$

qui montre que la vitesse de transformation peut être très rapide au commencement d'une réaction de germination et croissance.

Dans une deuxième étape, les différents domaines vont se rencontrer, développer des interfaces communes et la croissance s'arrêtera.

Ce raisonnement est valable lorsque les germes sont assez éloignés les uns des autres pour qu'il n'y ait pas interaction. Dans le cas contraire, on peut admettre avec AVRAMI [64] que la croissance de certains domaines de la nouvelle phase entraîne l'absorption de sites de germination qui auraient pu être activés par la suite (Fig. 9).



Fig. 9 - o Site non activé
 . Site activé
 ---- noyaux fantômes

On peut cependant supposer que tous les sites sont activés en introduisant la notion de "noyaux fantômes".

Le pourcentage fictif de la phase transformée est alors étendu à un certain volume V_e^β

$$dV_e^\beta = v_\beta v_G V^\alpha d\tau$$

$$V_e^\beta = 4\pi/3 v \int_0^t v_G v_C (t - \tau)^3 d\tau \quad (2)$$

Il existe une relation géométrique entre ce volume étendu V_e^β et le volume réel V^β .

Si l'on suppose qu'au temps t , il y a une fraction V^α non affectée par le phénomène de germination, ce qui statistiquement est valable, la germination commençant préférentiellement aux interfaces ferrite-cémentite par exemple, ou encore aux joints des grains, on peut écrire que l'accroissement réel de volume transformé par rapport à la fraction de volume total :

$$\frac{dV^\beta}{V^\alpha} = \frac{dV_e^\beta}{V}$$

$$\text{ou encore } dV^\beta = \left(1 - \frac{V^\beta}{V}\right) dV_e^\beta$$

$$V_e^\beta = -V \ln \left(1 - \frac{V^\beta}{V}\right)$$

En reportant dans la formule (2), on obtient :

$$\ln (1 - \xi) = - \frac{4\pi}{3} v_C \int_0^t v_G (t - \tau)^3 d\tau$$

$$\xi = 1 - \exp \left[- \frac{\pi}{3} v_G v_C t^4 \right] \quad (3)$$

expression où on admet que la vitesse de germination est constante.

Or, la vitesse de germination v_G peut être fonction de la vitesse d'activation des sites ; soit γ cette vitesse. Si l'on suppose qu'il y a initialement N_0 sites activables par unité de volume, au temps t , il restera N sites non activés, de telle sorte que pendant la période dt

$$dN = - N \gamma dt$$

d'où
$$v_G = \frac{dN}{dt} = N_0 \exp \left[- \gamma t \right]$$

En remplaçant v_G par sa valeur dans la formule (2) et en intégrant par parties, on obtient :

$$\xi = 1 - \exp \left[\frac{8\pi N_0 v_C \gamma^3}{3} \left\{ \exp(-\gamma t) - 1 + \gamma t - \frac{\gamma^2 t^2}{2} + \frac{\gamma^3 t^3}{6} \right\} \right] \quad (4)$$

Cette expression possède deux limites pour les valeurs extrêmes du terme γt .

Lorsque γt est très petit, ce qui signifie que seuls quelques sites sont activés au commencement de la transformation, on retrouve en utilisant le développement en série du terme exponentiel, la formule (3).

Au contraire lorsque γt est très grand, cela signifie que tous les sites sont activés en même temps et que la saturation est très vite atteinte.

La vitesse de germination devient nulle et seule la vitesse de croissance contrôle la transformation

$$\xi = 1 - \exp \left[- \frac{4\pi}{3} N_0 v_C t^3 \right] \quad (5)$$

En conclusion, la formule générale du processus de germination et croissance isotrope est de la forme

$$\xi = 1 - \exp (- k t^n) \quad (6)$$

où $3 \leq n \leq 4$. Dans le cas d'une croissance à deux dimensions ou une dimension, les valeurs de n seraient comprises dans les intervalles :

$$2 \leq n \leq 3 \quad \text{et} \quad 1 \leq n \leq 2$$

Pour $n = 1$, on retrouve la formulation caractéristique des transformations homogènes du premier ordre. Pour les autres valeurs de n , on obtient des courbes sigmoïdales où croît lentement, puis beaucoup plus rapidement et finalement lentement.

Le rapport $\lg \ln \frac{1}{1 - \xi} / \lg t$ donne directement la valeur de n .

Habituellement, on représente l'évolution d'une transformation par une courbe ξ fonction de $\lg t$ (Fig. 9). Le pourcentage de phase transformée peut être mesuré par essais dilatométriques ou par essais de dureté, entre autres.

L'allure de ces courbes est indépendante de la constante de vitesse et plus particulièrement de N_0 , nombre de sites activables.

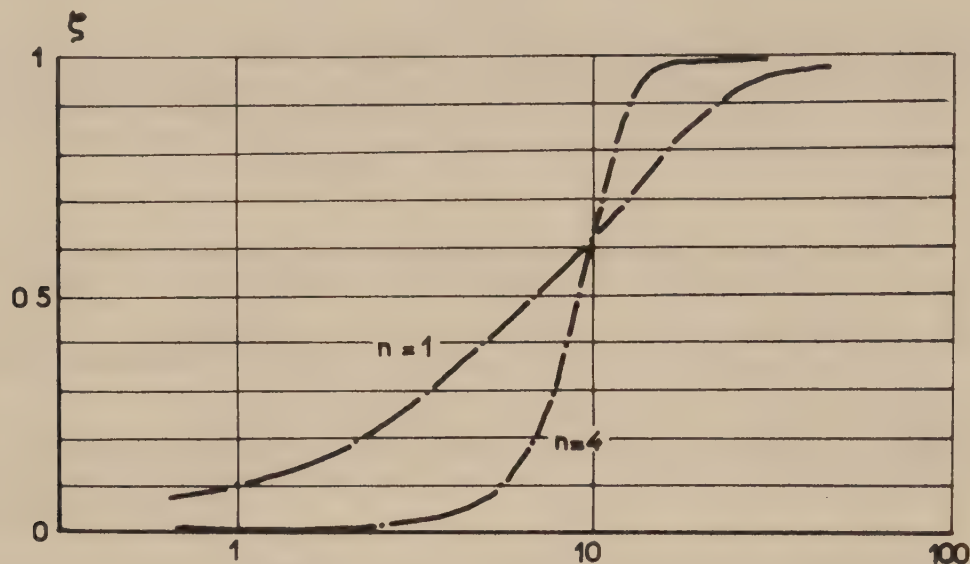


Fig. 10 - Courbes ξ en fonction de $\lg t$ (unités arbitraires)

Dans le cas des transformations non isothermes, la vitesse de germination est principalement déterminée par une équation statistique de BOLTZMANN avec une énergie d'activation qui croît plus que linéairement avec la température (Fig. 11).

La vitesse de croissance, au contraire, est contrôlée par une énergie d'activation qui est presque indépendante de la température. Cette vitesse v_c croît avec la température.

L'augmentation initiale de la dureté des courbes isocinétiques ou des courbes isochrones déduites d'isothermes, dont nous avons signalé la très grande analogie au § 3,223, indique sans ambiguïté que la première phase de l'austénitisation est régie par des phénomènes de germination et croissance.

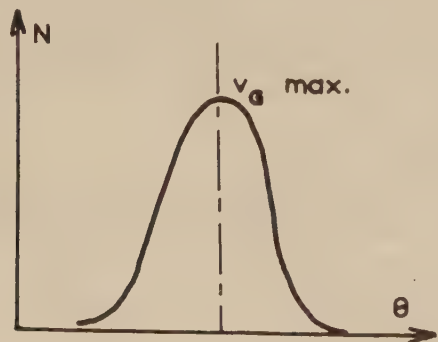


Fig. 11 - Nombre de germes activés en fonction de la température.

La pente initiale de ces courbes laisse supposer d'ailleurs que la transformation s'effectue, dans les conditions de traitements utilisés, avec une augmentation de la vitesse de germination.

L'application de la théorie de la germination et croissance peut être extrapolée aux courbes isocinétiques en ce qui concerne la formation de la "phase durcie".

Le phénomène est très rapide et couvre un intervalle de température de l'ordre de 10°C qui correspond approximativement à la période d'incubation précédemment décrite.

3,3 - DEUXIEME ETAPE DE L'AUSTENITISATION -

3,31 - Germination aux joints des grains

Jusqu'à présent, nous n'avons envisagé que les seules interfaces ferrite-cémentite comme sites possibles de germination.

Dans les aciers hypoeutectoïdes et plus particulièrement les aciers à bas carbone, deux populations coexistent initialement, les plages de ferrite et les grains de perlite séparées par les joints de grains. La formation de la phase durcie se limite aux seules plages perlitiques et le phénomène de croissance est rapidement stoppé aux joints initiaux.

Lorsqu'on élève la température, ces joints peuvent devenir à leur tour des sites possibles de germination.

Pour CAHN [65], la formation des germes s'effectue, soit aux joints où deux grains se rencontrent, soit aux crêtes communes à trois grains, soit aux coins communs à quatre grains.

La définition de volume étendu décrite au paragraphe précédent peut s'appliquer à une surface étendue ou à une ligne étendue :

$$\frac{S_e^\beta}{S} = - \ln \left(1 - \frac{S^\beta}{S} \right)$$

$$\frac{L_e^\beta}{L} = - \ln \left(1 - \frac{L^\beta}{L} \right)$$

Soit X la vitesse de croissance linéaire ; on considère la croissance surfacique comme isotrope de telle sorte que $v_G = X^2$.

Au temps τ , un noyau germe sur une surface de joint. Le noyau croît et intersecte au temps t une surface parallèle au joint à une distance x , selon un cercle de rayon :

$$\left[X^2(t - \tau)^2 - x^2 \right]^{\frac{1}{2}}, \quad \text{si } X(t - \tau) > x$$

Soit v_G^J la vitesse surfacique de germination du joint de grain par unité de surface, soit S^J la surface du joint :

$$d S_e^\beta = S^J v_G^J \left[X^2(t - \tau)^2 - x^2 \right] \quad \text{si } X(t - \tau) > x$$

$$S_e^\beta = \int_0^t d S_e^\beta = \pi S^J \int_0^{(t - \frac{x}{X})} \left[X^2(t - \tau)^2 - x^2 \right] v_G^J d\tau$$

En introduisant une nouvelle variable $\xi = \frac{x}{X}t$, on obtient par intégration :

$$S_e^\beta = \pi/3 S^J v_G^J X^2 t^3 (1 - 3\xi^2 - 2\xi^3), \quad \text{si } \xi < 1$$

La surface intersection réelle est donnée par

$$2 \int_0^\infty S^\beta dx = 2 X t \int_0^t \left[1 - \exp(-S_e^\beta) \right] d\xi = 2 S^J \left(\frac{X}{v_G^J} \right)^{1/3} f^J(a^J)$$

avec

$$a^J = (v_G X^2)^{1/3} t \text{ et } f^J(a^J) = a^J \int_0^t \left[1 - \exp \left\{ \left(-\frac{\pi}{3}\right) (a^J)^3 (1 - 3\xi^2 - 2\xi^3) \right\} \right] d\xi$$

La surface totale de joints est $S^J = \sum S^i$

Le volume étendu peut être rapporté au volume vraiment transformé, si l'on suppose que les joints sont distribués au hasard, d'où :

$$\xi = 1 - \exp \left[-(b^J)^{-\frac{1}{3}} f^J(a^J) \right], \quad (7)$$

$b = v_G^J \left[8(S_V^J)^3 X \right]$, où S_V^J est l'aire du joint par unité de volume.

Le cas de la germination crête est analogue :

$$\xi = 1 - \exp \left[-(b^{Cr})^{-1} f^{Cr}(a^{Cr}) \right] \quad (8)$$

où $a^{Cr} = (v_G^{Cr} X)^{\frac{1}{2}} t$, $b^{Cr} = v_G^{Cr} / 2\pi L_V^{Cr} X$

et

$$f^{Cr}(a^{Cr}) = (a^{Cr})^2 \int_0^1 \xi \left[1 - \exp \left\{ -(a^{Cr})^2 \left[(1 - \xi^2)^{\frac{1}{2}} - \xi^2 \ln \{ 1 + (1 - \xi^2)^{\frac{1}{2}} \} \right] \right\} \right] d\xi$$

v_G^{Cr} est la vitesse spécifique de germination de crête par unité de longueur et L_V^{Cr} la longueur de joint de crête par unité de volume.

Le cas de la germination coin correspond à une distribution au hasard des sites de germination et on retrouve l'équation (4) du paragraphe précédent.

La formule (9) permet de définir aussi deux limites :

- Si a^J est très petit,

$$\xi = 1 - \exp(-\pi/3 v_G X^3 t^4) \quad (8)$$

où $v_G = S_V^J v_G^J$ est la vitesse de germination par unité de volume.

- Si a^J est très grand,

$$\xi = 1 - \exp(-2 S_V^J X t) \quad (9)$$

La fonction $\lg \ln \frac{1}{1-\xi} = f(\lg t)$ comprend deux droites de pentes 4 et 1

avec une zone de transition où la pente décroît d'une manière continue. Cette fonction caractérise toutes les réactions de germination aux joints de grains (Fig. 12).

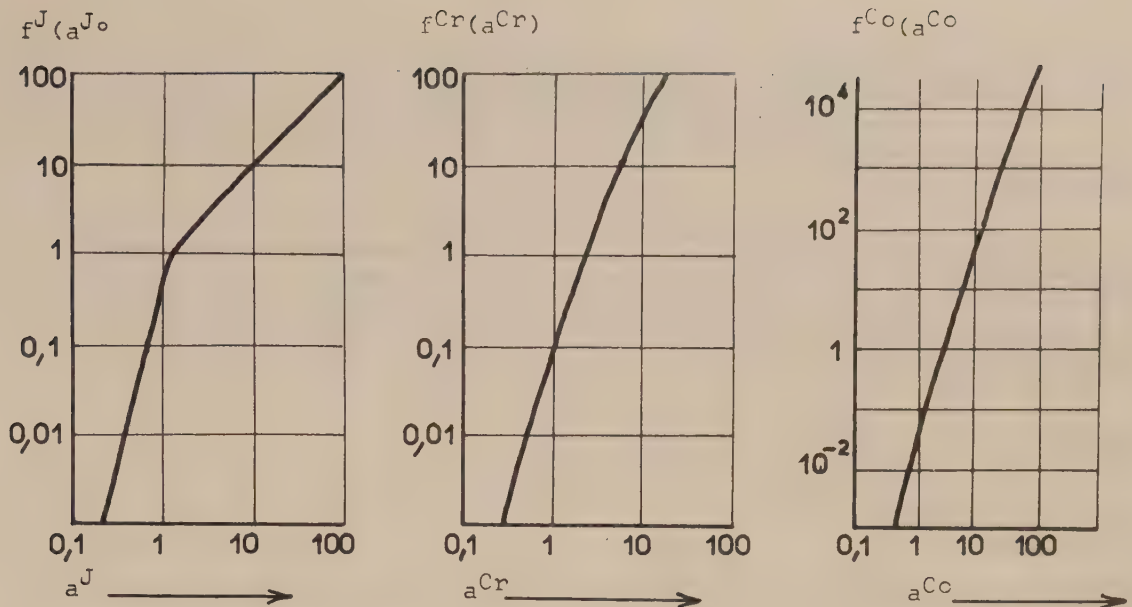


Fig. 12 - Courbes de transformation avec germination aux joints, aux crêtes et aux coins.

Assez généralement dans l'austenitisation des aciers hypoeutectoïdes, l'activation des interfaces ferrite-cémentite et l'activation des joints ne coïncident pas en température ou dans le temps.

Cette coïncidence peut toutefois être provoquée par certains prétraitements ou encore par l'addition d'éléments comme le nickel ou le chrome.

L'austenitisation des aciers non alliés commence aux interfaces ferrite-cémentite et se poursuit lorsqu'on élève la température aux joints des grains. Soit θ_J la température d'activation du joint.

Pour les aciers hypoeutectoïdes, l'écart $\theta_J - A_{c1}$ est de 40°C environ.

On peut faire coïncider A_{c1} et θ_J en sensibilisant en quelque sorte les joints par une restauration préalable à 600°C. Dans ces conditions, l'austenitisation est plus rapide.

Le nickel favorise plus particulièrement l'abaissement de θ_J , alors que le chrome, élément carburigène, élève A_{c1} .

On peut aussi inverser les positions respectives de A_{c1} et θ_J , par introduction directe au-dessus de θ_J ou en stabilisant les carbures par des éléments d'addition carburigènes.

Dans ce cas, l'austenitisation peut être retardée et l'homogénéisation de l'alliage plus difficile. En effet, la germination de l'austenite aux joints de ferrite entraîne la formation d'une austenite pauvre en carbone, alors que l'austenite des plages initialement perlitiques est beaucoup plus riche en carbone. Par ailleurs, l'énergie de joint δ/γ est plus importante que l'énergie de joint α/δ .

La diffusion du carbone étant 10 à 100 fois moins rapide dans l'austenite que dans la ferrite à température égale, il s'ensuit que l'on obtiendra une austenite hétérogène.

Micrographiquement, ce phénomène se traduit le plus souvent par une frange plus ou moins large aux interfaces ferrite-martensite. (Cf. § 2,416, Mi 54 et 55).

3,32 - Evolution de la phase ferritique

La germination et la croissance de l'austenite peuvent être perturbées par d'autres phénomènes correspondant à la formation et l'évolution de sous-texture dans la ferrite.

Par introduction directe dans un domaine de température situé un peu au-dessus de θ_J , on perturbe dans une certaine mesure le déroulement du phénomène de restauration qui a normalement lieu pour la plupart des aciers aux environs de 550 - 650°C. La surchauffe brutale de la phase ferritique en particulier correspond à une sorte d'écrouissage thermique qui entraîne la formation d'une sous-texture très semblable à celle qu'on pourrait obtenir par écrouissage mécanique à froid (Cf. § 2,412).

Un chauffage ultérieur entraîne la récession ou la restauration progressive de la phase ferritique perturbée.

Par récession, on récupère approximativement le grain ferritique original ; la restauration permet un affinement très poussé du grain ferritique (Cf. 2,414).

Quoiqu'il en soit, l'élimination des contraintes dues à la surchauffe de la ferrite occasionne une chute de dureté assez sensible pour l'emporter sur l'augmentation de dureté provenant de la croissance de la phase austenitique.

Par chauffage lent, une autre forme de sous-texture peut être observée.

La sous-texture "Veining" présente l'aspect d'une fine mosaïque très régulière ; elle est très certainement reliée au point de CURIE et à la perte du ferromagnétisme.

Le ferromagnétisme est lié à l'existence d'électrons de spins parallèles. Dans la bande 3 d de l'atome de fer se trouvent six électrons qui peuvent être distribués sur les cinq états quantiques de cette bande. L'aimantation maximale du fer correspond à l'occupation de quatre états quantiques de la bande 3 d par quatre électrons ayant leurs spins alignés ; le cinquième état quantique de la bande 3 d est occupé par deux électrons de spins opposés.

Dans le cristal, l'alignement des spins des électrons se fait par domaines ; chaque domaine a un sens magnétique propre, mais l'ensemble désordonné de ces domaines n'entraîne aucun champ magnétique résultant.

La disparition du ferromagnétisme à l'échauffement est due à un processus de désalignement de spins dans chaque domaine magnétique.

Ce désalignement des spins, associé à une augmentation de l'entropie du système, entraîne une absorption d'énergie thermique qui ralentit l'expansion volumique du cristal : phénomène de magnétostriction.

La rigidité du réseau cristallin due à l'orientation magnétique disparaît avec la perte du ferromagnétisme.

Ce relâchement des contraintes entraîne une pseudo-polygonisation et la formation d'une sous-texture mosaïque très régulière.

Cette sous-texture "Veining" est probablement la cause de l'augmentation de l'autodiffusion et de la diffusion dans la ferrite au-dessus du point de CURIE.

3,33 - Evolution de la phase durcie

Un certain nombre d'imperfections ponctuelles ou aréolaires apparaissent lors de la formation de la phase durcie. Du fait de l'élévation ultérieure de la température et de l'agitation thermique, ces imperfections vont diffuser à plus ou moins grande distance et se regrouper pour former des parois ou des sous-grains.

Le phénomène le plus facilement observable est la restauration de la phase durcie. Suivant la température ou le programme d'échauffement, on peut mettre en évidence des sous-textures où les sous-grains de restauration auront un caractère équiaxe ou orienté selon des directions privilégiées.

Il est très probable que l'augmentation de la densité des lacunes est responsable de la formation de ces sous-joints.

Comme nous l'avons calculée, l'augmentation de la densité lacunaire est de l'ordre de 1 % volumique, c'est-à-dire 1 lacune pour 100 atomes, soit une lacune pour 50 mailles conventionnelles dans le système C.C.

Si l'on suppose que toutes les lacunes se regroupent pour former un film continu autour d'un volume élémentaire, le rapport surface/volume est donné par :

$$\frac{S}{V} = \frac{6a^2}{a^3} = \frac{1}{100} \text{ pour un cube d'arête } A.$$

$$A = 600 \text{ à } \approx 150 \text{ nm.}$$

Le volume sphérique équivalent aurait un diamètre de l'ordre de 200 nm.

Nous ne pouvons pas préjuger de l'épaisseur d'un sous-joint lacunaire, mais s'il est de l'ordre de deux distances interatomiques par exemple, la taille des domaines observables devrait être au commencement de la restauration de la phase durcie de 0,2 μ environ.

La taille des sous-grains de la micrographie Mi 80 a une valeur moyenne de 0,3 μ environ.

Cette correspondance suggère donc que la restauration de la phase durcie est liée d'une manière ou d'une autre à l'augmentation de la densité des lacunes. Il se peut par ailleurs, que la chute de dureté enregistrée dans la deuxième étape de l'austenitisation soit due à une mise en solution lacunaire partielle des atomes de carbone.

Aux températures supérieures de la deuxième étape de l'austenitisation, les sous-joints observables sont tous orientés suivant une même direction dans le même grain. Dans le système C.F.C., à la direction de glissement $\langle 110 \rangle$ correspond un plan de glissement $\{111\}$ bien défini, par comparaison au système de plans de glissement plus complexe du système C.C.

En utilisant les mêmes hypothèses que précédemment, on peut calculer facilement la distance moyenne des sous-joints de restauration de l'austenite par rapport à un plan(111) de densité atomique maximale ; on a :

$$d \approx 175 \text{ nm}$$

La distance moyenne des sous-joints de la micrographie Mi 82 varie entre 0,1 et 0,2 μ . La correspondance est encore très bonne.

L'existence de ces deux types de restauration recoupe assez bien nos expériences de thermomagnétométrie en maintien isotherme (Cf. § 2,23). Le passage du système C.C du fer alpha au système C.F.C. du fer gamma s'effectue probablement par une progression à caractère statistique au cours de la deuxième étape de l'austenitisation.

3,34 - Interaction ferrite-phase durcie

Les deux populations, ferrite et phase durcie, peuvent évoluer indépendamment l'une de l'autre. Mais du fait de la croissance de la phase durcie, il y aura obligatoirement des phénomènes d'interaction qui dépendront de l'évolution particulière de chaque population et de la nature des joints qui les séparent.

	plage perlitique	plage ferritique	joints
		restauration	restauration
Ac ₁	phase durcie		Activation par contamination
Ac ₂	restauration C.C.	pseudopolygonisation	
	restauration C.F.C.	récession	Activation normale
Ac ₃	recristallisation		

- 1 - La phase durcie apparaît au point de transformation Ac₁ dans les plages initialement perlitiques. Elle va croître jusqu'à rencontrer les joints perlite-ferrite. La restauration à 600°C de ces joints peut les sensibiliser à une activation par contamination en quelque sorte (abaisssement de θ_J). Un maintien isotherme à basse température, $Ac_1 < \theta < \theta_J$, favorisera la formation d'une interface cohérente et les proportions de ferrite et de martensite seront conformes au diagramme d'équilibre Fe - Fe₃C.
- 2 - La coïncidence de la restauration dans le système C.C. de la phase durcie et la pseudo-polygonisation de la ferrite au point de CURIE peut entraîner une accélération des phénomènes de diffusion du fait de l'identification des sous-textures.
De ce fait, l'austenitisation peut être rapidement terminée à des températures inférieures au point de transformation conventionnel Ac₃.
- 3 - Par contre, la restauration dans le système C.F.C. de la phase durcie et la récession de la phase ferritique pseudo-polygonisée ralentiront d'une manière considérable les phénomènes de diffusion.
- 4 - L'activation normale des anciens joints ou des joints nouveaux provenant des phénomènes précédents, permet le développement d'une interface δ/δ qui ralentit la croissance de la phase durcie.
C'est la troisième étape de l'austenitisation ou croissance normale de l'austenite.

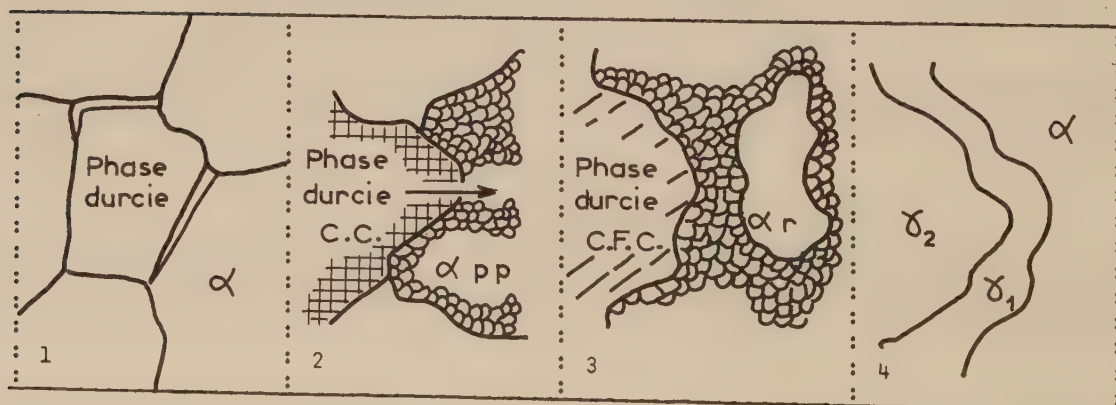


Fig. 13 - Schémas des interactions ferrite-phase durcie.

3,4 - TROISIEME ETAPE DE L'AUSTENITISATION -

Cette troisième étape concerne la croissance normale de l'austenite. Les phénomènes intermédiaires de restauration et récession sont terminés et l'on se trouve en présence de deux phases ferrite et austenite. Généralement, l'interface ferrite-austenite est formée d'une zone plus ou moins large d'austenite à peu près libre de carbone.

La vitesse de croissance est contrôlée par une énergie d'activation qui est presque indépendante de la température dans un large domaine de température. Cette vitesse croît cependant avec la température.

Cette troisième étape dépendra beaucoup du facteur vitesse échauffement.

Si l'on se reporte au paragraphe 2,11 concernant l'austenitisation d'un XC 38, on peut remarquer qu'en chauffage normal Ac_3 est égal à $850^{\circ}C$, mais qu'au bout de 7 h à $800^{\circ}C$, l'austenitisation est pratiquement terminée, soit une différence de $50^{\circ}C$.

Micrographiquement, la ferrite est progressivement absorbée par l'austenite (Cf. § 2,416).

Conformément à l'hypothèse de A. de SY, l'austenite obtenue est hétérogène du fait de la mauvaise diffusion aux interfaces γ/γ .

Par chauffage ultérieur au-dessus de Ac_3 , on peut passer de l'austenite hétérogène à l'austenite homogène.

Assez curieusement, ce phénomène d'homogénéisation se traduit par des courbes de dureté en forme de W que l'on retrouve dans les essais isothermes aussi bien que dans les essais isochrones labiles.

Dans l'austenite hétérogène, les atomes de carbone peuvent être répartis au hasard dans les sites x, y ou z. Dans ces conditions, le réseau n'est pas quadratique dans son ensemble, puisque les axes z des mailles quadratiques sont distribués au hasard. Toutefois, lorsqu'ils sont assez proches les uns des autres, les atomes de carbone ont tendance à se placer dans la même direction, car cette disposition diminue la déformation élastique.

Des atomes de carbone vont donc diffuser en positions interstitielles. Statistiquement pour passer d'un site O_1 à un autre site O_1 équivalent, les atomes de carbone diffuseront au travers de sites P qui, dans la maille quadratique de la martensite, sont légèrement plus importants, d'où une baisse de dureté et l'allure des courbes en W caractérisant cette homogénéisation partielle de l'austenite.

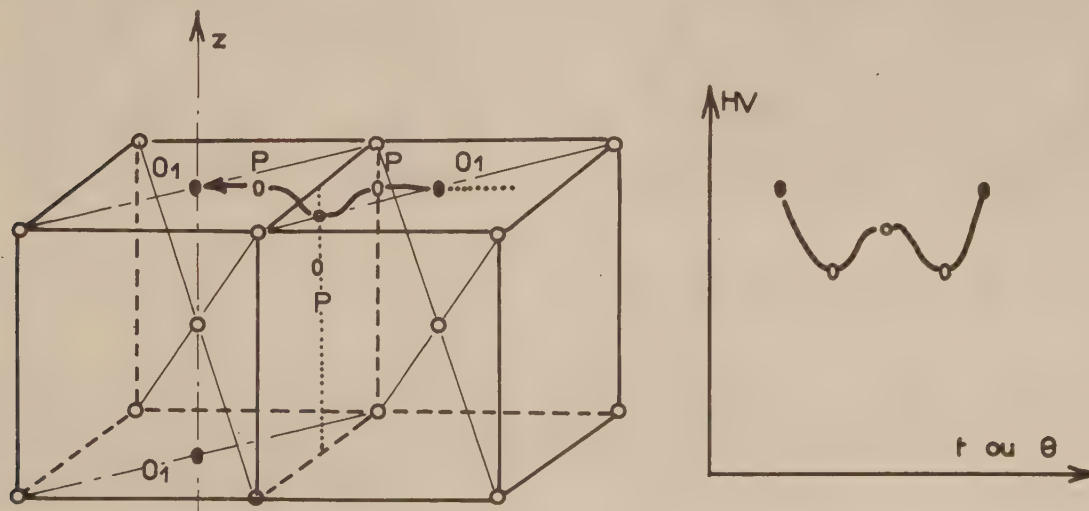
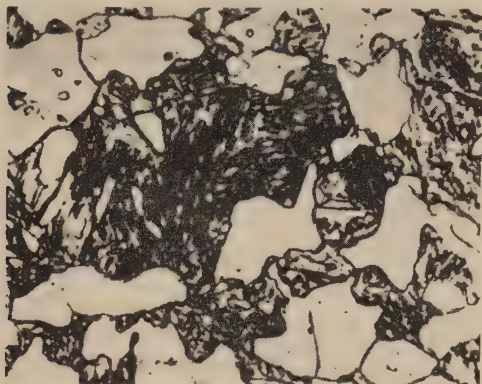


Fig. 14 - Ordonnement quadratique à longue distance des atomes de carbone en interstitiels.

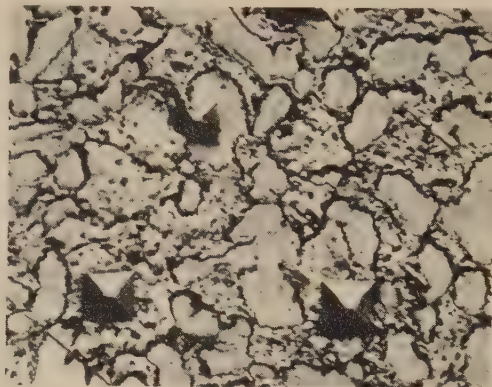
Si l'on poursuit le chauffage, la dureté après trempe baisse très rapidement, et ceci est dû au grossissement exagéré du grain.

Première remarque : Réversibilité des phénomènes.

Il serait vain de vouloir reprendre toutes les études faites sur le facteur refroidissement et la décomposition de l'austénite. Mais, certains phénomènes que nous venons de décrire à l'échauffement lors de la traversée du domaine $\alpha-\gamma$ présentent un caractère de réversibilité. L'essai isocinétique Γ_2^0 retour consiste à échauffer un lot d'échantillons d'une même nuance jusqu'à la température du point A_{c3} et à les refroidir au four à la vitesse de $2^\circ\text{C}/\text{mn}$ en retirant un échantillon tous les 10°C pour le tremper rapidement dans une grande quantité d'eau salée.



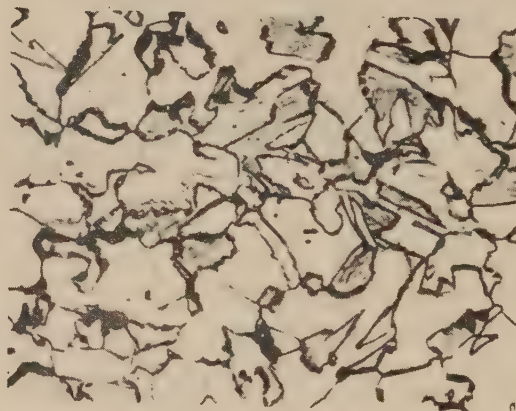
Mi 99 - $g \times 1\,000$ - XC 18 - TE
isocinétique Γ_2 - 800°C - HV = 380



Mi 100 - $g \times 1\,000$ - XC 18 - TE
isocinétique Γ_2 - 750°C - HV = 320



Mi 101 - $g \times 1\,000$ - XC 18 - TE
isocinétique Γ_2 - 730°C - HV = 280



Mi 102 - $g \times 1\,000$ - XC 18 - TE
isocinétique Γ_2 - 710°C - HV = 240

jusqu'à 780°C , il y a croissance normale de la phase ferritique (Mi 99). Mais à 750°C , la texture "Veining" réapparaît, texture absolument analogue à celle que l'on pouvait obtenir à l'échauffement (Mi 100). Cette texture très probablement liée au point de transformation A_2 peut s'expliquer par la formation d'un très grand nombre de microdomaines ferromagnétiques. Le phénomène de pseudo-polygonisation du point de CURIE serait donc réversible.

Les plages d'austenite résiduelle sont affectées par la récupération du ferromagnétisme. Enthermomagnétométrie, la discontinuité due au passage Ar_2 est brutale et ne présente pas d'anomalies. Mais on conserve par trempe en dessous de Ar_2 des plages de phase durcie dont la sous-texture microcellulaire est absolument analogue à celle obtenue à l'échauffement.

La germination de la cémentite débute normalement lorsqu'on atteint le point de transformation Ar_1 (Mi 102).

Compte tenu de l'hystérésis classique entre l'échauffement et le refroidissement, la traversée du domaine $\alpha-\gamma$ présente donc certains phénomènes à caractère probablement réversible.

Deuxième remarque : Additivité et courbes isocinétiques.

La corrélation entre les isocinétiques $\int_V^\theta$ et les isochrones déduites des isothermes à l'échauffement (Cf. § 2,324) pourrait laisser supposer que l'austénitisation est régie par des réactions isocinétiques.

Si une réaction est additive, la suite de la transformation commencée à la température θ_1 suivant la loi cinétique $\xi = f_1(t)$ pour un temps t_1 , est exactement la même que si cette fraction transformée l'avait été à la température θ_2 .

Si t_2 est le temps pris à la température θ_2 pour produire la même fraction transformée qu'à la température θ_1 pendant le temps t_1 , on a :

$$f_1(t_1) = f_2(t_2)$$

d'où :

$$\begin{aligned} \xi &= f_1(t) \quad , \quad \text{si } t < t_1 \\ \xi &= f_2(t + t_2 - t_1) \quad , \quad \text{si } t > t_1 \end{aligned}$$

Soit ta_1 le temps nécessaire pour atteindre une fraction transformée donnée ξ_α à la température θ_1 et ta_2 le temps nécessaire à la température θ_2 pour produire cette même quantité.

$$t = ta_2 - t_2 + t_1$$

Si la réaction est additive,

$$\frac{t_1}{ta_1} + \frac{t - t_1}{ta_2} = 1$$

ce qui implique :

$$\frac{t_1}{t_2} = \frac{ta_1}{ta_2}$$

et en généralisant :

$$\int_0^t \frac{dt}{ta(\theta)} = 1 \quad (10)$$

Pour AVRAMI, une réaction est isocinétique lorsque la vitesse de germination et la vitesse de croissance sont proportionnelles et varient de la même manière avec la température.

CAHN suppose que, dans beaucoup de réactions, la vitesse de germination est telle que les sites activables sont très vite saturés et que seule la vitesse de croissance contrôle le phénomène. Comme la vitesse de croissance est largement indé-

pendante du temps, la réaction sera alors isocinétique.

$$\int_0^t \frac{dt}{\tau_a(\theta)} = \int_0^t \frac{d\xi}{\tau_a(\theta) (d\xi/dt)} = \frac{G(\xi)}{G(\xi_a)} \quad (11)$$

Lorsque $G(\xi) = G(\xi_a)$, on retrouve l'expression précédente.

Dans ces conditions, on peut penser en effet que la troisième étape de l'austenitisation qui correspond à un phénomène de croissance normale de l'austenite est une transformation isocinétique. Mais, il est difficile de concevoir l'ensemble de l'austenitisation comme une transformation additive ou un ensemble de transformations additives, du fait de la complexité des interactions entre les divers phénomènes qui la régissent.

3,5 - PROPOSITION D'UN MODELE RESUMANT LES PHENOMENES D'AUSTENITISATION -

Tous les phénomènes que nous venons de décrire peuvent être résumés sur un modèle (Fig. 15). Comme tous les modèles, celui-ci est probablement incomplet et sujet à caution ; mais cependant, il permet de rendre compte des principales anomalies que nous avons rencontrées au cours de nos essais, sans être contradictoire avec les différentes théories récentes suggérées par certains auteurs.

Les courbes isocinétiques Γ_v^θ sont particulièrement représentatives de ce modèle (Fig. 16). La première étape concernant la formation de la phase durcie se traduit par une montée rapide de la dureté, indice d'un phénomène de germination et croissance. Cette croissance est arrêtée par les joints α/α délimitant les plages initialement perlitiques et ferritiques, mais l'activation de ces joints par contamination et la formation de la sous-texture de pseudopolygonisation de la ferrite entraînent un nouvel accroissement de dureté. Au cours de cette deuxième étape, la récession de la ferrite et, peut être, les phénomènes de restauration de la phase durcie se traduisent par une baisse de dureté suffisamment sensible pour contrebalancer la croissance de la phase durcie.

La troisième étape concerne uniquement la croissance normale de l'austenite, l'augmentation de dureté étant beaucoup plus progressive.

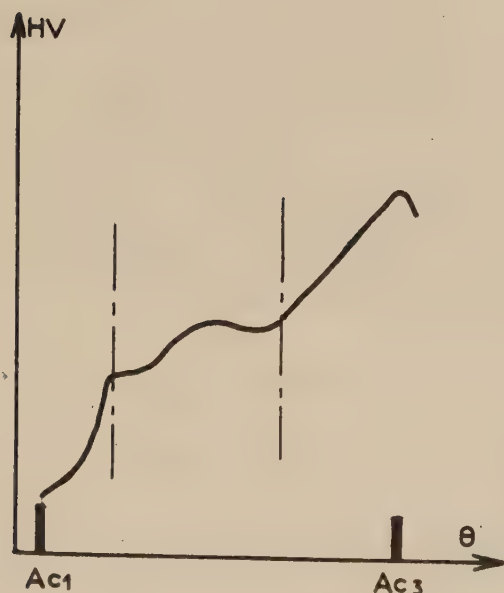


Fig. 16 - Isocinétique Γ_v^θ d'un acier à 0,2%C

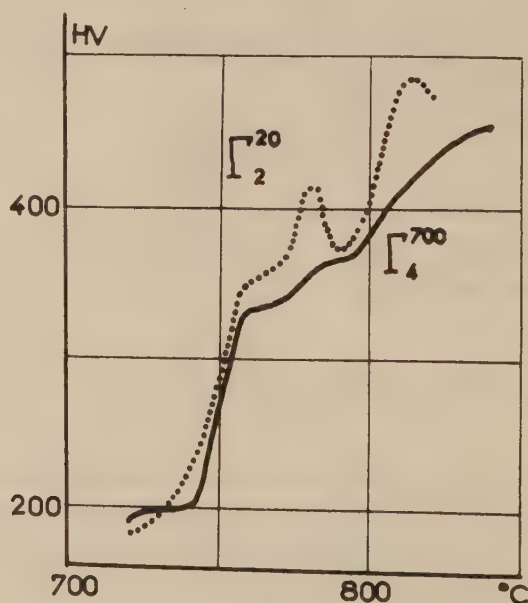


Fig. 17 - Isocinétiques Γ_v^θ - XC 18

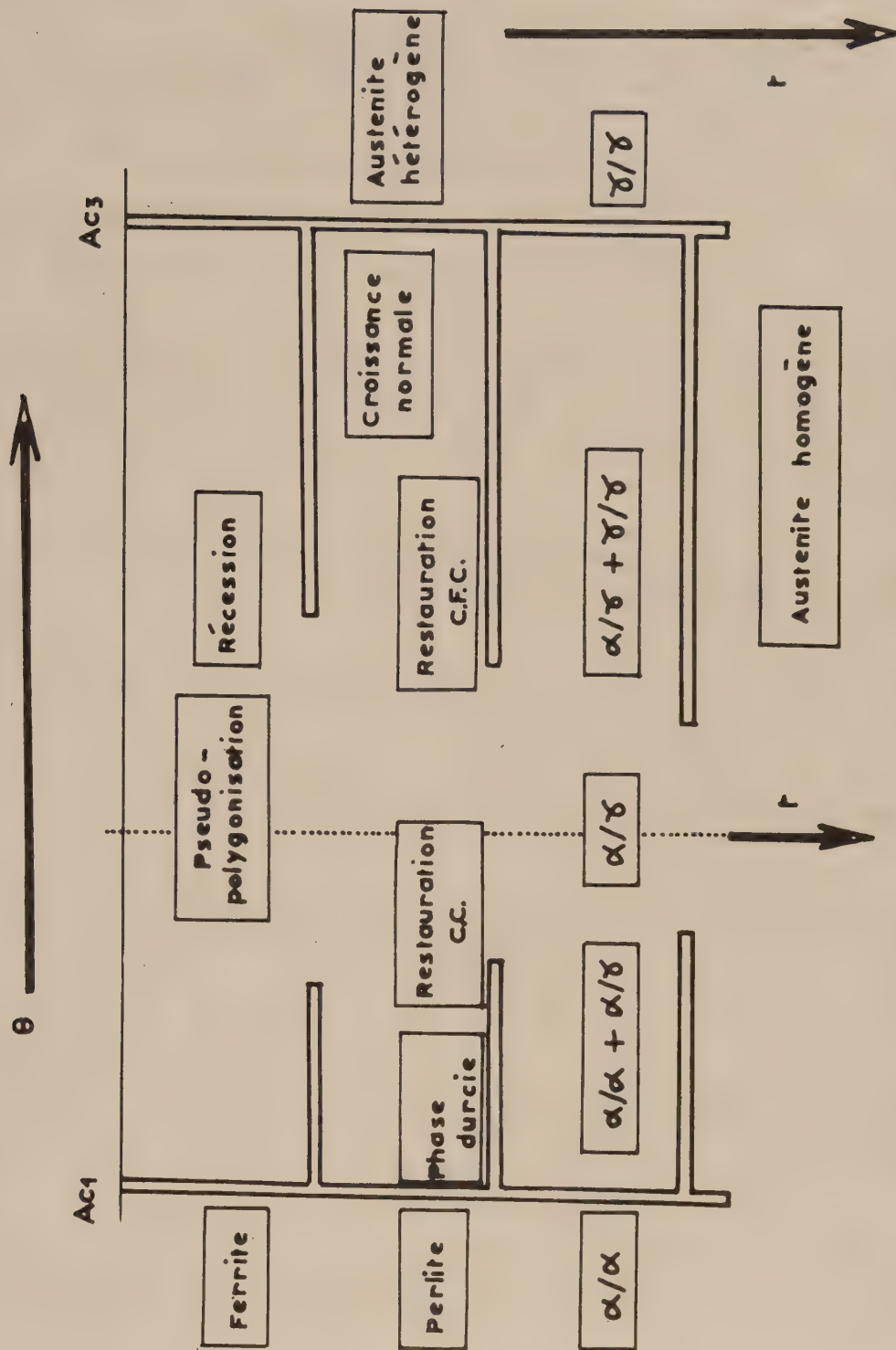


Fig 15 - Modèle d'austénitisation d'un acier hypoeutectoïde.

3,51 - Influence du programme d'échauffement

Le programme d'échauffement influe certes sur les trois étapes de l'austenitisation, mais plus particulièrement sur la deuxième étape.

On peut comparer par exemple les courbes isocinétiques Γ_v° d'un même acier XC 18 chauffé de deux manières différentes (Fig. 17) :

- a - Introduction à l'ambiante et vitesse d'échauffement égale à $2^{\circ}\text{C}/\text{mn}$.
- b - Introduction à 700°C et vitesse d'échauffement égale à $5^{\circ}\text{C}/\text{mn}$.

Il n'y a pratiquement pas de différence en ce qui concerne la première étape, sauf peut être une très légère variation de pente dans les courbes de dureté. Par contre, une vitesse d'échauffement lente prolonge le temps de passage dans la zone de coïncidence ferrite pseudopolygonisée - phase durcie restaurée C.C. - , ce qui entraîne un phénomène de durcissement transitoire. En effet, la récession ultérieure est, elle aussi, exaltée en échauffement lent et la baisse de dureté sera plus importante.

La croissance normale de l'austenite semble plus rapide. Mais comme ce phénomène n'est pratiquement fonction que du facteur temps, il est normal qu'en vitesse d'échauffement lent, la transformation en fonction de la température se développe plus vite qu'en échauffement rapide.

Il est possible de calculer la dureté théorique d'une structure ferromartensitique d'un acier donné à une température donnée, à partir du diagramme d'équilibre Fe-Fe₃C, de la courbe de dureté de la martensite en fonction de la teneur en carbone et de la règle des mélanges de phases de A.H. COTTREL, [66] .

Dans les diagrammes de COTTREL, la dureté du mélange de deux phases de composition différente est donnée par le point d'intersection de la droite qui représente la composition de l'acier avec la droite qui joint les duretés des deux phases en présence (Fig. 18-c).

Les concentrations des phases ferritiques et austenitiques sont déterminées sur le diagramme d'équilibre Fe - Fe₃C (Fig. 18-a). La dureté de la phase ferritique est conventionnellement égale à 90 points VICKERS. La dureté de la martensite est donnée par la courbe classique $HV = f(C \%)$ représentée sur la Fig. 18-b.

On peut donc construire l'abaque qui permet de déterminer la dureté d'un acier donné après trempe à l'eau pour une température déterminée (Fig. 18-d).

Sur cet abaque, nous avons tracé la courbe isocinétique Γ_v^{700} d'un acier XC 48 que nous avons décalée de 20°C pour tenir compte de l'inertie thermique due aux conditions particulières de cet essai. A partir de 760°C , la courbe expérimentale et la courbe théorique sont pratiquement confondues. L'expression "croissance normale de l'austenite" utilisée pour la troisième étape de l'austenitisation nous semble parfaitement justifiée.

De la même manière, si l'on trace les isochrones 1 h déduites des courbes isothermes en introduction directe, on peut mettre en évidence la zone d'austenitisation accélérée qui est très probablement reliée au point de CURIE des aciers. Cette austenitisation accélérée est due à la coïncidence des phénomènes de pseudo-polygonisation de la ferrite et de restauration dans le système cubique centré de la phase durcie.

Elle se traduit sur l'abaque précédente par un pic de dureté anormal par rapport aux courbes théoriques.

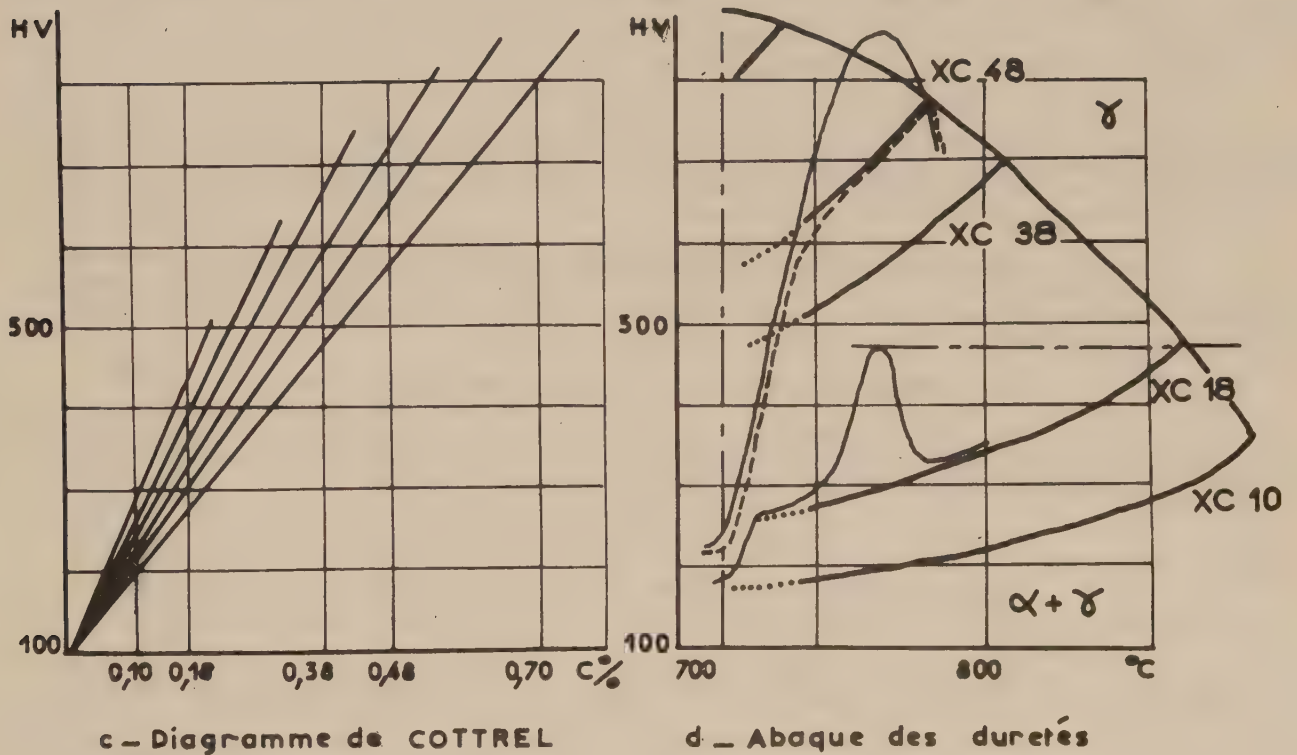
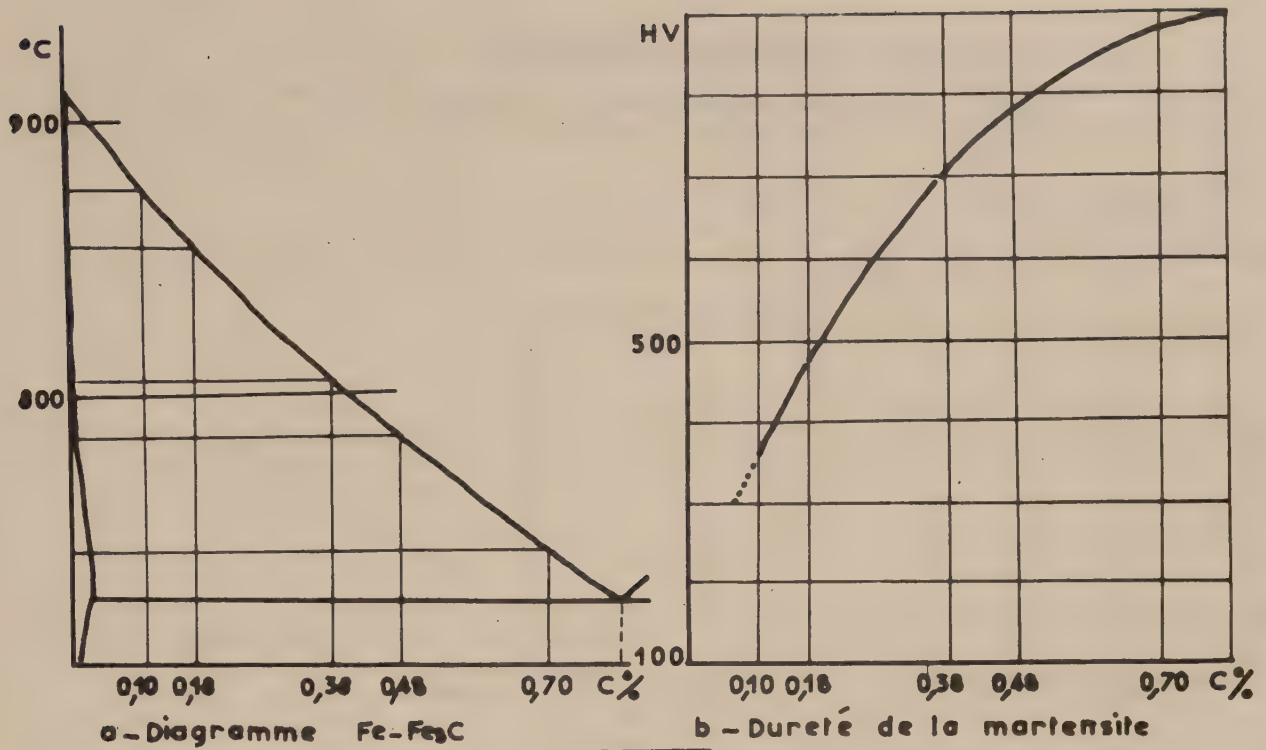


Fig 18 - Calcul de la dureté théorique des structures ferro-martensitiques

3,52 - Influence de la composition chimique

Comme nous l'avons déjà signalé, la dureté du premier maximum des courbes isocinétiques σ_v est fonction de la teneur en carbone (Cf. § 2,312).

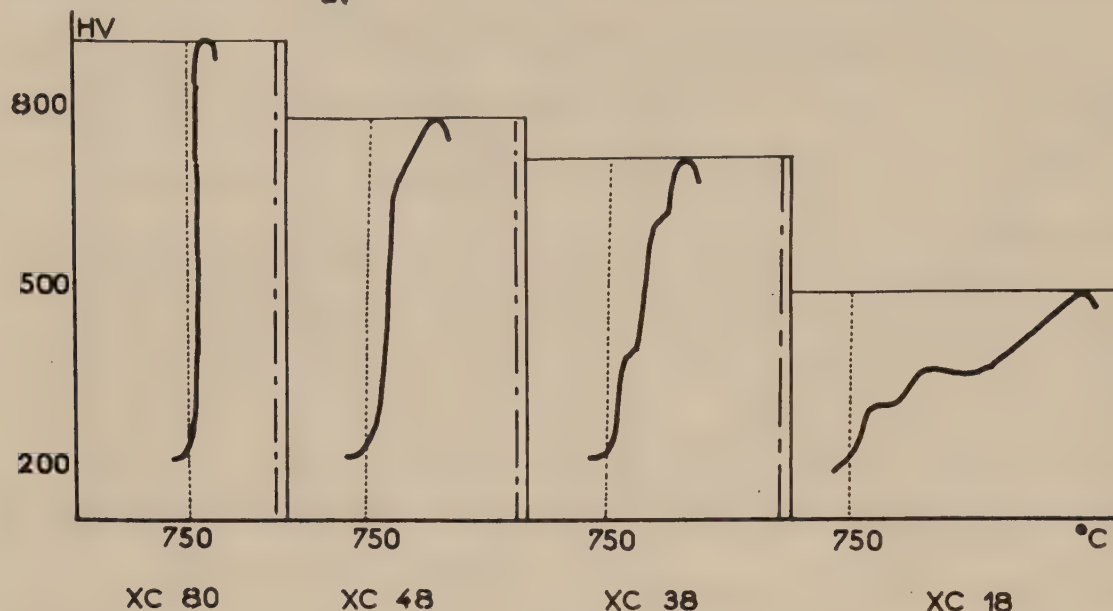


Fig. 19 - Profil isocinétique σ_v en fonction du pourcentage en carbone

Les anomalies de la deuxième étape de l'austenitisation sont naturellement fonction des pourcentages respectifs de ferrite et de perlite initiales. L'acier XC 38 présente encore les trois étapes de l'austenitisation sous forme de deux décrochements successifs de la courbe.

Lorsqu'on dépasse la proportion de 50 % de perlite, la deuxième étape est nettement masquée et ne se traduit plus que par un léger arrondi, zone de transition entre la germination et croissance de la phase durcie et la croissance normale de l'austenite. C'est le cas de l'acier XC 48.

Par définition, l'acier XC 80 est entièrement perlitique.

Toutes les anomalies dues à l'évolution de la phase ferritique disparaissent et l'austenitisation se traduit par une formation brutale et homogène de la phase durcie sur un intervalle de 10°C environ.

L'action du chrome sera caractérisée par son double rôle carburigène et alphasagène.

Par son action carburigène, le chrome stabilise la cémentite dont la décomposition est nettement retardée à partir d'une teneur de 1 % environ.

De ce fait, comme nous l'avons démontré dans nos essais thermomagnétiques, les points de transformation A_{c1} et A_{c2} sont pratiquement confondus (C.f § 2,23).

Il en résulte une certaine déformation du modèle proposé précédemment.

- a - La germination et la croissance de la phase durcie correspondant à la première étape de l'austenitisation sont plus lentes que pour les aciers non alliés correspondants.
- b - Par contre, la restauration C.C. et l'activation par contamination seront plus rapides.

d - Excepté pour l'état initial homogénéisé, nous n'avons pas noté de phénomène d'activation normale du joint.

L'état initial, les prétraitements ou le programme d'échauffement ont peut être plus d'importance pour les aciers faiblement alliés au chrome que pour les aciers non alliés.

En effet, on peut modifier profondément le coefficient de partage du chrome ou d'autres éléments d'addition entre la ferrite, la cémentite et même les joints de grains. On peut aussi avoir des hétérogénéités en concentration en chrome dans la ferrite.

Ces points particuliers ont été développés succinctement dans les paragraphes 2,313 et 2,42.

A partir d'un état initial recuit d'adoucissement, on favorise l'extension de la première étape de l'austenitisation par prétraitement de 2 h à 600°C. Un échauffement lent à partir de l'ambiante favorise la deuxième étape de l'austenitisation et permet d'obtenir des sous-textures microcellulaires équiaxes très homogènes.

L'isocinétique Γ_v^0 avec introduction à 700°C a un profil très analogue à celui de l'acier non allié correspondant.

L'action du nickel est surtout caractérisée par son rôle cammarène, abaissement des points de transformation Ac_1 et Ac_3 .

Il en résulte aussi que la restauration de la phase durcie s'effectue à une étape précoce de l'austenitisation dans le système C.F.C.

L'atome de nickel est stériquement moins volumineux que l'atome de fer ; les phénomènes de diffusion en seront grandement facilités.

En échauffement lent, les aciers faiblement alliés au nickel-chrome sont plus sensibles au phénomène de récession de la phase ferritique.

Il est difficile toutefois pour les aciers de construction faiblement alliés au nickel-chrome de faire la part exacte des actions simultanées de ces deux éléments d'addition.

3,53 - Analogie avec le schéma de la décomposition de l'austenite

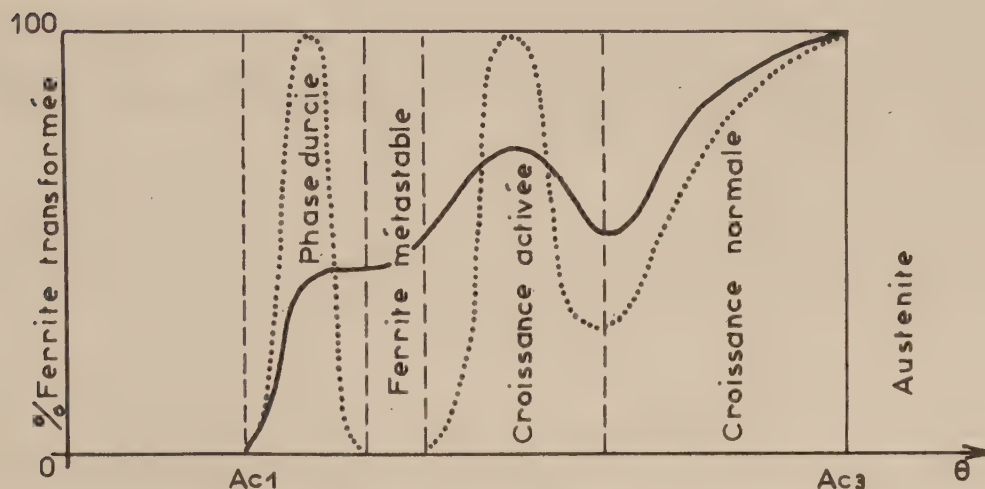


Fig. 20 - Schéma de l'austenitisation

Parallèlement au schéma de la décomposition de l'austenite, on peut concevoir un schéma de l'austenitisation qui présente avec le précédent de grandes similitudes (Fig. 20).

Comme pour la décomposition, on peut séparer les différents domaines de l'austenitisation. Mais généralement, les phénomènes se chevauchent et ce n'est que par des traitements particuliers de programmation à l'échauffement que l'on peut exalter l'un ou l'autre domaine. On peut naturellement jouer sur les éléments d'addition.

Par exemple, l'austenitisation de l'acier XC 80 se limite au domaine de la phase durcie ; en échauffement lent, on peut pratiquement austenitiser entièrement l'acier 18 CD 4 dans le domaine de croissance activée.

Quoiqu'il en soit, on peut introduire dans ce schéma la notion d'activation directrice, notion équivalente à celle de constituant directeur utilisé pour la décomposition de l'austenite.

PORTEVIN - JOLIVET

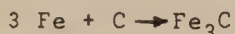
Austenitisation

domaine perlitique

phase durcie

Constituant directeur : la cémentite

Activation interface ferrite-cémentite



(ferrite proeutectoïde granulaire)

(texture équiaxe)

domaine de stabilité de l'austenite

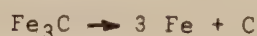
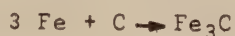
domaine intermédiaire

domaine bainitique

croissance normale

Constituant directeur : la ferrite

Activation des joints de grains



(ferrite proeutectoïde aciculaire)

(texture aciculaire)

On retrouve par ailleurs les deux modes de formation de l'austenite définis par SADOVSKII, la formation homogène et la formation hétérogène de l'austenite, fonction de la vitesse d'échauffement.

CHAPITRE IV

-:-:-

APPLICATIONS ET CONCLUSIONS

-:-:-

"Encore aujourd'hui, la trempe de l'acier a conservé quelque chose d'artisanal. Même en notre temps mécanisé, elle est restée l'un des travaux d'atelier les plus délicats, les plus difficiles à unifier et qui cause des difficultés, des soucis, des déceptions et des dégâts plus nombreux et plus fréquents que les autres travaux.

Aussi, compte tenu des moyens de travail du temps jadis, les maîtres forgerons, par la perfection qu'ils atteignaient dans les épées du vieux Damas, de Tolède, de Solingen, de Sheffield, ont droit à notre admiration éternelle".

W. ORDINANZ [67]

Nous n'avons certes pas l'expérience nécessaire, ni les informations suffisantes pour prétendre résoudre entièrement un problème concernant la pratique des traitements thermiques, mais compte tenu des résultats obtenus dans notre étude sur l'austénitisation, nous nous permettrons de faire un certain nombre de remarques sur quelques points plus particuliers comme l'affinement du grain, le grossissement exagéré du grain et l'amélioration de la trempabilité.

Nous insisterons naturellement sur l'importance du facteur vitesse d'échauffement. Depuis les remarquables travaux de A. PORTEVIN, ce facteur a été classé une fois pour toutes "variable secondaire" et n'a pratiquement pas été l'objet d'études systématiques.

Les auteurs actuels sont d'ailleurs sur ce point d'une discrétion exemplaire. Pour de SMET [68] par exemple,

"le chauffage doit être conduit avec beaucoup de soins et il faut surtout se préoccuper de deux choses :

- a - chauffer le plus régulièrement possible,
- b - altérer le moins possible la surface du métal".

D'une part, on préconise un échauffement lent, d'autre part on utilise couramment des échauffements très rapides en chauffage haute fréquence ou dans la trempe par immersion. Et nous ne pensons pas, comme le suggère M. ASSONOV [69] que le problème du chauffage de l'acier ait été résolu du fait même du développement des procédés de traitements thermiques.

4,1 - NOTE SUR L'AFFINEMENT DU GRAIN -

La normalisation a pour but de produire une structure perlitique à grains fins régulièrement répartis, ce qui pour un acier recuit, correspond aux propriétés mécaniques optimales. Cette opération qui est surtout pratiquée sur les aciers hypoeutectoïdes et eutectoïdes consiste en un réchauffage au-dessus de la température A_{c3} , suivi d'un refroidissement à l'air calme.

Il est clair que l'affinement du grain dépend fortement des vitesses de chauffe et de refroidissement.

En ce qui concerne le facteur refroidissement, on peut se reporter à l'une des études micrographiques de L. HABRAKEN [70]. Un acier à 0,224 % de carbone et 1,498 % de manganèse est austénitisé à 860°C pendant 30 mn, puis refroidi à différentes vitesses :

0,1, 0,2, 1, 3, 6, 28 et 150°C/s.

Le meilleur affinement du grain est observé pour une vitesse de refroidissement de 6°C/s .

Mais l'affinement maximal du grain est obtenu, d'après de SY [71], par normalisation isotherme à une température juste inférieure à A_{r1} , cette température correspondant au maximum de vitesse de décomposition de l'austénite dans le domaine perlitique (Cf. Introduction Fig. 1).

Parallèlement, pour de SY, l'affinement du grain au chauffage est d'autant plus poussé que le domaine des températures supérieures à A_{c3} est plus rapidement atteint.

D'après B. SOKOLOV et les études plus récentes de C. LEYMONIE, il semble que là encore, l'affinement le meilleur s'obtienne pour des vitesses d'échauffement intermédiaires.

Mais en fait, l'affinement maximal du grain à l'échauffement sera obtenu, comme nous l'avons montré aux paragraphes 2,52 et 2,53, par normalisation isotherme à l'échauffement à une température juste supérieure à A_{c1} , correspondant au maximum de vitesse de formation de l'austénite dans le domaine de la phase durcie (Cf. Fig. 20 du § 3,53).

L'affinement du grain est donc régi par les seuls phénomènes de germination et croissance à l'échauffement comme au refroidissement.

Les températures optimales d'affinement sont celles où la vitesse de germination est maximale. A l'échauffement, cette température sera fonction de l'état initial ; au refroidissement, elle sera fonction de la température de chauffage atteinte.

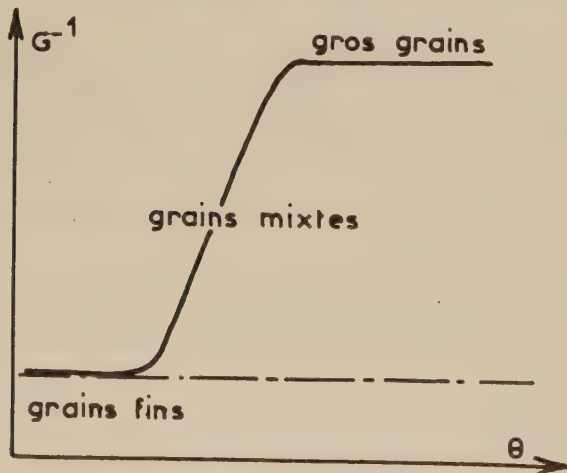
Les normalisations isothermes à l'échauffement comme au refroidissement semblent être la meilleure solution pour obtenir l'affinement le plus poussé.

4,2 - NOTE SUR LE GROSSISSEMENT EXAGERE DU GRAIN -

Par grossissement exagéré du grain, nous entendons le grossissement très rapide de certains grains aux dépens de leurs voisins. En fait, nous avons montré dans nos essais en microscopie à haute température (Cf. § 2,52 et 2,53) qu'il y avait disparition de certains joints de moindre énergie. Si l'on considère le joint comme une zone délaissée où les liaisons interatomiques sont plus lâches, on peut penser que certains joints où la densité des imperfections est peu élevée, sont susceptibles de se réarranger et perdre ainsi leur caractère de joints sous l'action de l'agitation thermique.

L'énergie de joint liée à la densité des imperfections est susceptible de varier en fonction des traitements thermiques et des éléments d'addition.

On représente souvent l'aptitude au grossissement du grain par des courbes indice de grosseur de grain - température (Fig. 4,1).



On définit de cette manière une certaine température critique à partir de laquelle le grain commence à grossir.

Pour L. COLOMBIER [72], le mode de grossissement du grain est assez variable d'un acier à l'autre.

Dans certains cas, on observe à partir d'une certaine température des structures mixtes où des gros grains et des grains fins peuvent coexister. Dans d'autres cas, au contraire, le grossissement du grain est homogène et progressif.

Pour notre part, nous avons voulu vérifier les travaux de O.O. MILLER [10] sur le grossissement du grain et plus parti-

Fig. 4,1 - Courbe de grossissement du grain.

culièrement l'anomalie du grossissement exagéré du grain pour une certaine température critique, anomalie qui disparaît aux températures plus élevées.

Nous avons construit les courbes d'égale grosseur de grain sur un diagramme température-temps (Fig. 4,2).

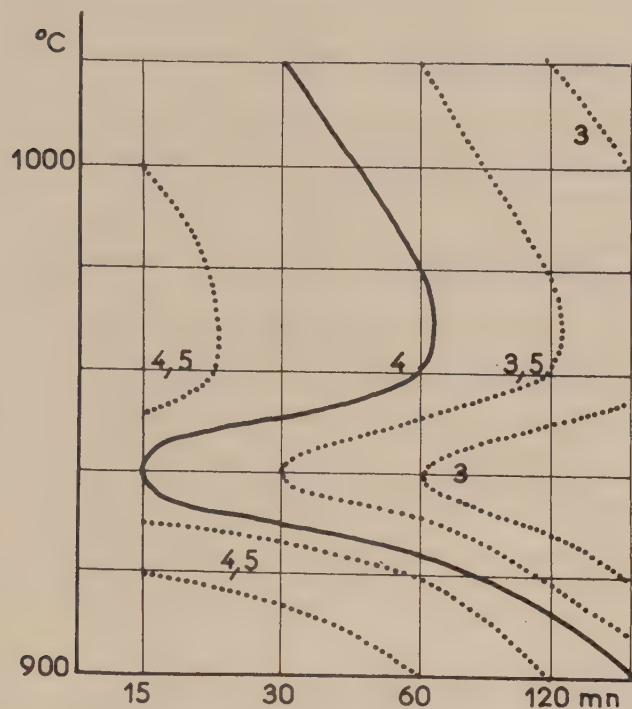


Fig 4,2 - Courbes d'égale grosseur de grain
XC 38 - Etat normalisé

L'acier XC 38 à l'état normalisé a subi le programme d'échauffement suivant : introduction directe à 800°C, puis vitesse d'échauffement de 10°C/mn jusqu'à des températures comprises entre 900 et 1 020°C par paliers de 20°C

Les temps de maintien ont varié de 15 à 180 mn.

Pour mesurer la grosseur du grain, nous avons utilisé la méthode par trempe après maintien juste au-dessous de A_{r3} qui fait apparaître un réseau de ferrite aux joints des grains austénitiques.

Dans ces conditions, la température critique de grossissement exagéré du grain de l'acier XC 38 se situe vers 940°C.

A 960 ou 980°C, le grain grossit beaucoup moins rapidement.

Ce phénomène de grossissement exagéré peut être atténué par prétraitements comme nous l'avons montré lors d'une communication récente [73], ou tout simplement éliminé par des éléments d'addition.

Le même acier XC 38, maintenu 3 h à 795°C et trempé à l'eau salée, est traité dans les mêmes conditions que précédemment.

La température critique de grossissement du grain est alors abaissée de 30°C environ et le grossissement du grain, en prenant comme référence l'indice AFNOR 4, de 1 h environ (Fig.4,3).

Traité dans des conditions analogues, l'acier 35 CD 4 ne présente pas le phénomène de grossissement exagéré du grain (Fig.4,4).

Assez curieusement, les phénomènes d'affinement ou de grossissement exagéré du grain peuvent être rattachés à une même notion de différenciation.

Tous les sites de germination possibles ne possèdent pas la même énergie d'activation. En échauffement lent, seuls quelques sites à partir d'une température θ_1 seront activés, donneront des cellules de la phase nouvelle, cellules qui, dans leur croissance ultérieure, absorberont une certaine proportion de sites activables. Au contraire, un échauffement rapide à une température θ_2 supérieure à θ_1 , entraînera l'activation simultanée de tous les sites de germination et un affinement maximal du grain.

De la même manière, il est hors de doute que les joints ont des énergies différentes. T.S. READ et W. SHOCKSLEY [74] ont démontré rigoureusement que 3 % des joints de grains dans un agrégat ont moins de la moitié de l'énergie moyenne.

On peut supposer que la recristallisation de l'austenite entraîne d'une manière ou d'une autre une augmentation de l'énergie des joints.

Il en résulte qu'à la température critique de grossissement exagéré du grain, seuls quelques joints ont une énergie suffisante du fait d'une recristallisation encore incomplète.

Les autres joints de moindre énergie seront rapidement annihilés et le grain grossira énormément.

Par contre, aux températures supérieures à cette température critique, la recristallisation est plus rapide, un plus grand nombre de joints acquièrent des énergies suffisantes à peu près équivalentes et le grossissement du grain devient normal.

Jusqu'ici, nous n'avons envisagé que des causes de différenciation thermique, mais cette différenciation peut être obtenue mécaniquement et l'on pourrait expliquer de la même manière le phénomène d'écrouissage critique.

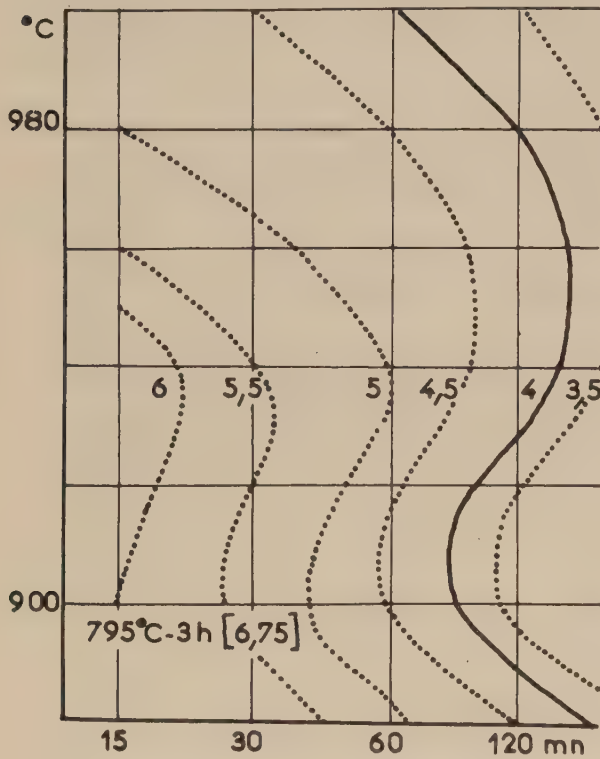


Fig. 4,3 - Courbe d'égale grosseur du grain
XC 38 - Etat trempé

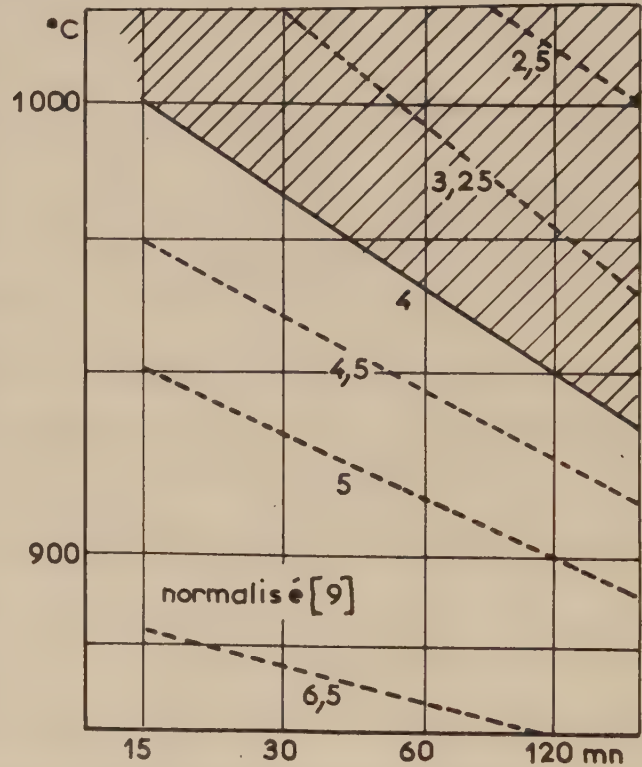


Fig. 4,4 - Courbe d'égale grosseur du grain
35 CD 4 - Etat adouci

4,3 - NOTE SUR L'AMELIORATION DE LA TREMPABILITE -

On prend souvent comme critère de la trempabilité la distance de la surface à la frontière semi-martensitique, en considérant que la baisse de dureté dans la zone de transition est la plus rapide de 60 à 40 % de martensite.

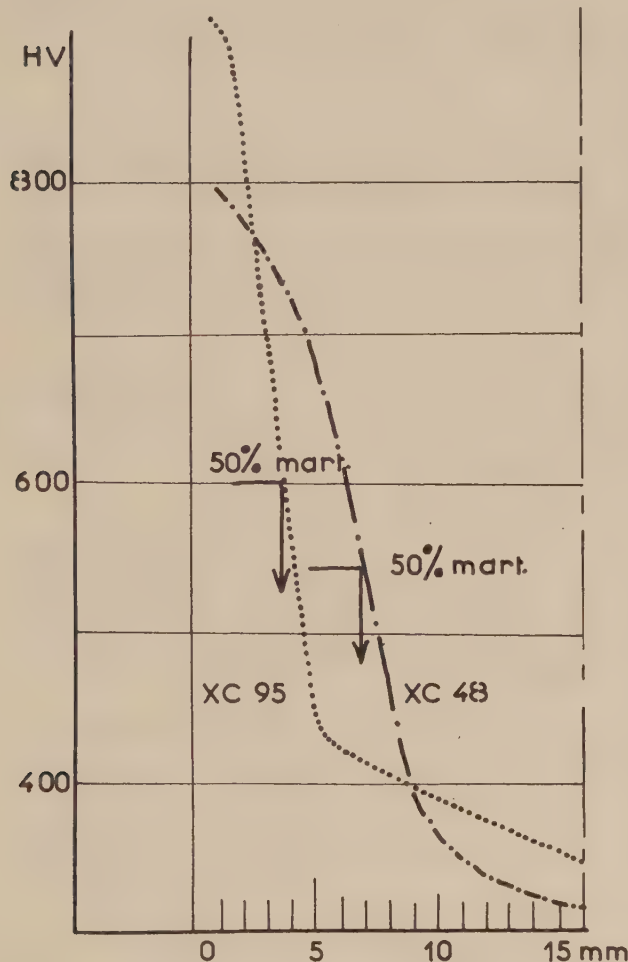
On s'accorde aussi à reconnaître que les aciers non alliés ont une faible profondeur de trempé de l'ordre de 2 à 3 mm.

Le carbone est l'élément de choix pour obtenir des hautes duretés, tandis que les éléments d'alliage, et en premier lieu le chrome, accroissent seulement la trempabilité.

Les facteurs qui influent sur la trempabilité peuvent être divers. La composition de l'austenite au moment de la trempé est probablement le facteur le plus important. Par ailleurs, la différence de trempabilité en fonction de la grosseur du grain austénitique peut être considérable ; pour une même composition de l'alliage et de l'austenite au moment de la trempé, l'acier dont le grain austénitique est le plus gros présente la plus grande trempabilité.

La présence de carbures, de nitrures et autres inclusions sont aussi des facteurs de trempabilité.

Quant à nous, sans vouloir entreprendre une étude complète de ces facteurs, nous signalerons seulement que le programme d'échauffement est un facteur extrêmement important sur la trempabilité.



Quelques expériences partielles nous ont permis d'obtenir des résultats très encourageants. Par exemple, nous avons obtenu sur un acier XC 48 une pénétration de trempé de l'ordre de 6 à 7 mm, pénétration deux fois plus importante que celle obtenue par traitement classique.

Notre traitement a été le suivant :

- état initial XC 48 normalisé
32 mm de diamètre
- rond de 100 mm de hauteur
- Préchauffe 1 h à 500°C
- Introduction directe à 765°C (régulation à $\pm 5^\circ\text{C}$) en bain de sels neutres ST 540
- temps de maintien de 30 mn à 2 h
- trempé directe à l'eau salée.

Les échantillons ont été tronçonnés par le milieu en prenant toutes les précautions nécessaires pour éviter l'échauffement.

Les filiations de duretés suivant deux diamètres permettent de construire les courbes en U ou courbes de trempabilité de l'acier (Fig. 4,5).

Fig. 4,5 - Courbes de trempabilité.

Pour illustrer l'amélioration de la trempabilité obtenue en maintenant cet acier XC 48 dans la zone de croissance activée de l'austenite, nous pouvons la comparer à la courbe de trempabilité d'un acier XC 95 traité normalement. Cette courbe est extraite de la "Métallurgie du fer" de L. COLOMBIER (p. 45).

Dans notre programme, le temps de maintien ne semble pas être un facteur prépondérant. En effet, les courbes de pénétration de trempe pour des maintiens de 30 mn à 2 h sont pratiquement équivalentes à 0,25 mm près.

Seul le programme d'échauffement semble être en cause dans cette amélioration de la trempabilité.

Si nous pouvons admettre maintenant que l'acier XC 48 puisse être entièrement austénitique à 765°C, température nettement inférieure au point de transformation Ac_3 classique, par suite de l'existence d'un domaine de croissance activée de l'austenite, il est plus difficile d'expliquer les raisons de cette amélioration de la trempabilité.

Implicitement, on peut penser que la trempe à partir d'une basse température d'austénitisation favorise une augmentation de la vitesse de refroidissement et par là même du diamètre idéal critique.

Cette hypothèse est probablement valable dans le cas de l'expérience précédente, mais elle ne rend absolument pas compte de l'action du nickel ou du chrome sur l'auto-trempabilité d'un 35 NC 16 par exemple.

Là encore, il se peut qu'au refroidissement les positions respectives de Ar_3 , Ar_2 , Ar_1 soient prépondérantes en ce qui concerne la trempabilité [75].

4,4 - CONCLUSION GENERALE -

Au cours du présent travail, nous avons tenté d'apporter quelques éclaircissements dans la connaissance complexe des phénomènes d'austénitisation.

Par essais dilatométriques ou thermomagnétométriques, nous avons montré la relativité des positions des points de transformation des aciers ; le point Ac_2 peut se trouver hors de l'intervalle Ac_1 - Ac_3 ou dans cet intervalle. Ces positions respectives peuvent varier en fonction des textures initiales et surtout du programme d'échauffement.

Les mesures thermomagnétométriques en dessous du point de CURIE permettent le calcul du pourcentage de phase austénitique formée. La cinétique de la transformation α - γ est relativement lente dans ce domaine de température et présente une progression à caractère probablement statistique.

Nous avons mis au point l'essai isocinétique $\int_v^{\theta}$, essai de choix pour l'étude des transformations de phases à l'échauffement. Cet essai recoupe correctement nos résultats dilatométriques. Il donne des renseignements sur la composition chimique, l'influence des éléments d'addition et, en outre, permet la détermination des zones optimales de certains traitements thermiques comme le recuit de globularisation, l'affinement du grain, et de certains traitements thermochimiques comme la chapmanisation, la carbonitruration ou la cémentation.

Par analyse micrographique, nous avons pu mettre en évidence quelques structures et textures peu connues et même nouvelles :

la phase durcie,

la texture "veining" due à une pseudopolygonisation de la ferrite,

les textures de morcellement du grain,

l'évolution des phases durcie et ferritique,

le dédoublement du joint et le phénomène de croissance normale de l'austenite,

les textures microcellulaires.

La microscopie à haute température nous a permis de vérifier notre théorie sur la récession et sur l'affinement du grain, théorie intimement liée aux phénomènes de germination et croissance.

De plus, nous avons pu montrer par cette méthode que le grossissement exagéré du grain n'est pas dû à la migration de quelques joints privilégiés, mais au contraire à la disparition sur place d'un certain nombre de joints de moindre énergie

Dans notre troisième chapitre, l'analyse théorique des phénomènes de transformations de phases en relation avec la théorie cinétique formelle de germination et croissance nous a conduit à proposer un modèle de l'austenitisation qui présente de très grandes analogies avec le modèle de décomposition de l'austenite.

Les sites de germination de l'austenite peuvent être, soit les interfaces ferrite-cémentite, soit les joints de grains. Suivant les prétraitements et la vitesse d'échauffement, l'activation peut être limitée à quelques sites ou à l'ensemble, simultanément. Du fait de cette différenciation dans l'activation de l'un ou l'autre type de sites, les résultats pourront être très différents.

Quoiqu'il en soit, l'austenitisation peut se décomposer en trois étapes :

- a - formation de la phase durcie (germination interface ferrite-cémentite)
- b - zone intermédiaire (germination aux joints des grains)
Evolution de la phase durcie et de la phase ferritique.
- c - croissance normale de l'austenite.

Enfin, parmi d'autres applications, nous avons mis au point un traitement thermique particulier qui entraîne une amélioration extrêmement nette de la trempabilité des aciers non alliés.

Par suite de la complexité du sujet, nous nous sommes limités à l'exploration du domaine α - γ du diagramme fer-cémentite et nous n'avons fait qu'effleurer certains domaines comme par exemple la restauration à 600°C et les phénomènes d'homocristallisation de l'austenite.

Si nous sommes loin d'avoir épuisé le problème de l'austenitisation, nous pensons toutefois avoir apporté une contribution à l'appréciation de celui-ci et revalorisé l'importance :

- a - du facteur vitesse d'échauffement,
- b - du point de CURIE des aciers,
- c - de la notion fondamentale de différenciation.

L'étude des traitements thermiques peut se concevoir de deux manières :

à traitement thermique imposé, faire varier les éléments d'addition,

à matériau donné, étudier les mécanismes des transformations pour mieux programmer les traitements et obtenir une amélioration des caractéristiques mécaniques.

Cette deuxième conception est probablement plus riche d'enseignements et finalement plus intéressante, puisqu'en permettant cet approfondissement de l'action des éléments d'addition, elle peut conduire à rationaliser dans une certaine mesure l'élaboration même des aciers de construction.

B I B L I O G R A P H I E

-:-:-:-

- 1 - A. PORTEVIN et P. CHEVENARD
Les courbes caractéristiques des traitements thermiques des aciers.
Rev. Métall. 18, 1921, p. 717 à 727
- 2 - A. PORTEVIN
La trempe des aciers et des alliages métalliques.
Rev. Métall. 19, 1922
- 3 - M. BAEVERTZ
Effects of initial structure on austenite grain formation and coarsening.
Trans. A.S.M., 1942, 30, 2, p. 458
- 4 - A.E. NEHRENBURG
The growth of austenite as related to prior structure.
Trans. A.I.M.E., 188, 1950
- 5 - S. OWAKU
Time - temperature austenitization diagram of hypoeutectoid steel.
Nip. kinzoku gakk. 25, 1961, p. 515 à 520
- 6 - G. MIMA
The structure dependence on the austenitizing process of 0,68 % carbon steel.
Tech. Rept. OSAKA Univ. 11, 1961, p. 464 à 487
- 7 - C. BOUCHY et F. GOBIN
Etude de la vitesse d'approche de l'équilibre dans l'austenitisation des aciers hypoeutectoïdes.
Mem. Sc. Rev. Metall. L X I, n° 11, 1964, p. 777 à 786
- 8 - A. PORTEVIN et V. BERNARD
Contribution à l'étude de la coalescence de la cémentite dans les aciers.
Rev. Métall. 18, n° 11, 1921, p. 749
- 9 - F.R. LARSON and J. SALMAS
A time temperature relation ship for recrystallization and grain growth.
Trans. A.S.M. 1954, 46, p. 1377 à 1405
- 10 - O.O. MILLER
Influence of austenitizing time and temperature on austenite grain size of steel.
Trans. A.S.M. 1951, 43, p. 260 à 289
- 11 - E.S. DAVENPORT and E.C. BAIN
Transformation of austenite at constant subcritical time.
Trans. A.I.M.E. n° 348, 1930, p. 117 à 147
- 12 - H. JOLIVET et A. PORTEVIN
Sur le temps d'inhibition au début de la décomposition des austenites.
C.R.A.S. 213, 1941, p. 687 à 689
- 13 - C. BARETT
Structure des métaux (Ed. DUNOD) 1957, p. 528

- 14 - S.J. MATAS and R.F. HEHEMANN
Structure of bainite in hypoeutectoid steels.
Trans. A.I.M.E. 221, 1961, p. 179 à 185
- 15 - A. de SY
Métallurgie structurale (Ed. DUNOD) 1962, p. 256
- 16 - A. HULTGREN
Disc. : the growth of austenite as related to prior structure by NEHRENBURG.
Trans. A.I.M.E. 188, 1950, p. 1377
- 17 - G.A. ROBERTS and R.F. MEHL
Effects of inhomogeneity in austenite on the rate of the austenite-pearlite reaction in plain carbon steels.
Trans. A.I.M.E. n° 1568, 1943 a, p. 318 à 334
- 18 - G. MOLINDER
A quantitative study of the formation of austenite and the solution of cementite at different austenitizing temperatures for a 1,27 % C steel.
Acta Met. 4, 1956, p. 565 à 571
- 19 - R.F. MEHL and W.C. HAGEL
Progress in metal physics, 6, 1956, p. 74
The austenite-pearlite reaction
- 20 - B. OSDOIT
Etude physico-chimique des modifications apportées à la cémentite par la dissolution de Si et Mo.
Mem. Sc. Rev. Metall. 3, 1960, p. 194
- 21 - J.W. CHRISTIAN
The theory of transformation in metals and alloys
1965 (Pergamon press) p. 694
- 22 - F.W. CLINARD and O.D. SHERBY
Strength of iron during allotropic transformation.
Acta Met. 12, 1964, n° 8, p. 911
- 23 - B.K. SOKOLOV and V.D. SADOVSKII
Mechanism of austenite formation in heating steel.
The Phys. of Met. Metall. 14, n° 5, 1960, p. 411
- 24 - V.D. SADOVSKII
Structural mechanism of phase transformations which occur during the heating of steel.
The Phys. of Met. Metall. 17, n° 8, 1963, p. 723
- 25 - I.N. KIDIN
Structural transformation of carbon free austenite with 8 % chromium
The Phys. of Met. Metall. 19, n° 2, 1965, p. 80
- 26 - V.N. GRIDNEV
The mechanism of the formation of austenite during rapid heating of carbon steels.
The Phys. of Met. Metall. 18, n° 6, 1964, p. 615
- 27 - A. de SY
Métallurgie structurale (Ed. DUNOD) 1962, p. 128
- 28 - C. LEYMONIE
L'autodiffusion du fer en volume et aux joints de grains.
Thèse Paris, 1960

- 29 - P. GUIRALDENC, M. AUCOUTURIER et P. LACOMBE
Etude structurale et énergétique de l'interface α - γ du fer par les radiotraceurs.
Mem. Sc. Rev. Metall. 60, n° 10, 1963, p. 681 à 690
- 30 - C. LEYMONIE et P. LACOMBE
Détermination des constantes d'autodiffusion en volume du fer en phase α à l'aide des isotopes radioactifs (avec discussion).
Rev. Metall. 55, n° 8, 1958, p. 524 à 530.
- 31 - R.J. BORG and C.E. BIR CHENALL
Self-diffusion in α - iron
Trans. A.I.M.E. 218, 1960, p. 980 à 984
- 32 - R.J. BORG and D.Y.F. LAI
The diffusion of gold, nickel, and cobalt in alpha iron : a study of the effect of ferromagnetism upon diffusion.
Acta Met. 11, n° 8, 1963, p. 861
- 33 - J. STANLEY and C. WERT
Diffusion in a ferromagnetic alloy.
J. Applic. 32, 1961, p. 267 à 273
- 34 - C. G. HOMAN
Diffusion of carbon in alpha iron.
Acta Met. 12, n° 9, 1964, p. 1071
- 35 - V. Ye. KOCHNOV
Recrystallisation stages of transformer steel.
The Phys. of Met. Metall. 15, n° 5, 1963, p. 38
- 36 - P. MAYNIER
Communication privée.
- 37 - G. MIMA
The dependence structure on the austenitizing process of carbon steel.
Techn. Rpt. OSAKA - Univ. 11, 1961, p. 362
- 38 - AVRAMI
Kinetics of phase change - I - General theory
J. Chem. Phys. 7, 1939, p. 1103 à 1112
- 39 - A. MICHEL
Phénomènes magnétiques et structure
(Ed. MASSON), 1966, p. 98
- 40 - C. SAUVAIRE
Les phénomènes d'usure au contact de la pièce et de l'outil. Formation de la couche blanche en rectification.
Rev. Franc. Mec. 18 et 19, 1966, p. 31 à 49
- 41 - J. GELAIN
Manuel élémentaire d'utilisation pratique des méthodes statistiques.
(Ed. Techn. des Ind. de la Fond.), 1960, p. 118 à 135
- 42 - L. BACKER
Contribution à l'étude de la répartition des éléments d'alliages entre la ferrite et la cémentite dans les aciers.
Mem. Sc. Rev. Metall. 61, n° 12, 1964, p. 865 à 892
62, n° 1, 1965, p. 81 à 87

- 43 - S. OWAKU
Time-temperature austenitization diagram of hypoeutectoid steel.
Nipp. kinzoku gakk, 25, 1961, p. 517
- 44 - A. ROOS
Précis de métallographie appliquée
(Ed. DUNOD), 1957, p. 45
- 45 - A.H. COTTREL
Métallurgie structurale théorique
(Ed. DUNOD), 1955, p. 152
- 46 - J. POKORNY
Album de métallographie. Fontes et aciers industriels.
Les cahiers de C.E.S.S.I.D., 1955
- 47 - G. DELBART et A. CONSTANT
Courbes de transformation des aciers de construction française.
(Publications de l'I.R.S.I.D.)
- 48 - L. HABRAKEN et J.L. de BROUWER
De ferri metallographia, Tome I, 1966, p. 204 (Ed. P.A.E.S.C. Bruxelles)

A. SCHRADER et A. ROSE
De ferri metallographie, Tome II, 1966, p. 311 et 312
(Ed. V.S.M.B.H. Dusseldorf)
- 49 - A. ROOS
Technique métallographique
(Ed. DUNOD) 1960
- 50 - A. PORTEVIN
C.R. CLXVIII, 1918, 531 - C.R. CLXVII, 1918, 1033 - C.R. CLXIX, 1919, 955
- 51 - R. PHILIPS and W.E. DUCKWORTH
The relation ship between the structure and properties of plain carbon
martensite refined by rapid re-austenitising.
Nat'l. Phys. Lab., t Brit, Symp, 1963, Teddington; Mddx
- 52 - C. LEYMONIE
Contribution à l'étude de l'austenitisation. Cas de l'acier 15 CDV 6.
Journées d'Automne - 1966.
- 53 - G.R. SPEICH
The decomposition of austenite by diffusional processes.
Interscience NEW YORK, 1962, p. 353
- 54 - C. LEYMONIE
Communication privée.
- 55 - L. HABRAKEN et J.L. de BROUWER
De ferri metallographia, Tome I, 1966, p. 234 (Ed. P.A.E.S.C. Bruxelles)
- 56 - R.W. CAHN
Physical metallurgy, 1965, p. 166 (Ed. N.H.P.C.)
- 57 - B. CHALMERS
Metallurgie physique, 1963, p. 146 (Ed. DUNOD)
- 58 - G. CHAUDRON
7ème Colloque de Métallurgie
Ecrrouissage, restauration, recristallisation.
(Presses Universitaires), 1963, p. 201 et 202

- 59 - A. de Sy
Métallurgie structurale.
(Ed. DUNOD), 1962, p. 68 à 79
- 60 - B. CHALMERS
Métallurgie physique.
(Ed. DUNOD), 1963, p. 229 à 318
- 61 - R.W. CAHN
Physical metallurgy
(Ed. N.H.P.C.), 1965, p. 925 à 985
- 62 - H.W. KING
Physical metallurgy
(Ed. N.H.P.C.), 1965, p. 62
- 63 - G. BERGER
La dilatométrie différentielle appliquée à l'étude des aciers.
(Ed. DUNOD), p. 53
- 64 - AVRAMI
Kinetics of phase change II - Transformation-time relations for random
distribution of nuclei.
III - Granulation, phase change and microstructure
J. Chem. Phys. 8, 1940, p. 212 à 224
9, 1941, p. 177 à 184
- 65 - J.W. CAHN
Transformation kinetics during continuous cooling.
Nucleation on dislocations.
Acta Met. 4, 1956, p. 572 à 575
5, 1957, p. 169 à 172
- 66 - A.H. COTTRELL
Métallurgie structurale théorique.
(Ed. DUNOD), 1955, p. 212
- 67 - W. ORDINANZ
Introduction à la trempe
(Ed. DUNOD), 1961, p. 3
- 68 - G. de SMET
La pratique des traitements thermiques.
(Ed. DUNOD), 1963, p. 135
- 69 - M. ASSONOV
Influence du chauffage à haute température sur la résistance des aciers
au carbone et des aciers alliés.
Mem. Sci. Rev. Met. 58, n° 12, 1961, p. 927 à 930
- 70 - L. HABRAKEN
De ferri metallographia, Tome I, p. 438 à 441
- 71 - A. de SY
Métallurgie structurale.
(Ed. DUNOD), 1962, p. 288 à 289
- 72 - L. COLOMBIER
Métallurgie du fer.
(Ed. DUNOD), 1957, p. 39

- 73 - M. TREMBLET, F. GOBIN et C. BOUCHY
Influence des prétraitements sur les courbes d'égale grosseur de grain des
aciers en fonction du temps et de la température.
Journées d'Automne, 1966
- 74 - T.S. READ and W SHOCKLEY
Phys. Rev. 78, 1950, p. 275
- 75 - C. BOUCHY et F. GOBIN
Application de la théorie de BRAGG-WILLIAMS aux points de transformation
du diagramme fer-cémentite.
Bull. Soc. Chim. 9, 1965, p. 2443
-

Deuxième Thèse

Propositions données par la Faculté

ETUDE SYSTEMATIQUE DES COMPOSES INTERMETALLIQUES
DE HUME-ROTHERY, DE LAVES ET AUTRES

VU

Le Directeur de Thèse

F. GOBIN

VU et APPROUVE

Nantes, le 17 mai 1967

Le Doyen de la Faculté des Sciences

G. BRILLOUET

VU

Le Président du Jury

J.M. DUNOYER

VU et PERMIS d'IMPRIMER

Nantes, le 23 mai 1967

*Le Recteur de l'Académie de Nantes
Président du Conseil de l'Université*

M. SCHMITT

